

31.00000011362

SKRIPSI



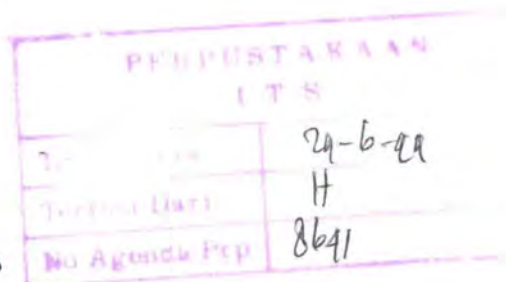
**PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR KATION - KATION
PADA SINTESA BARIUM TITANAT
DENGAN METODE SOL - GEL**

Disusun Oleh :

MOHAMMAD ANWAR

NRP. 1492 100 029

RSKc
546.395
Anus
P-1
1998



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
1998**

SKRIPSI

PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR KATION - KATION PADA SINTESA BARIUM TITANAT DENGAN METODE SOL - GEL

**Diajukan sebagai salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program S - 1 Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya**

Disusun Oleh :

MOHAMMAD ANWAR

NRP. 1492 100 029

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
1998**

**PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR KATION - KATION
PADA SINTESA BARIUM TITANAT
DENGAN METODE SOL - GEL**

Disusun Oleh :

MOHAMMAD ANWAR

NRP. 1492 100 029

Disetujui Oleh :

Pembimbing I,



Ir. NINUK SUKANTI, MM

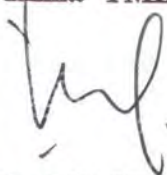
Pembimbing II,



Dra. IRMINA KRIS MURWANI, MSI
NIP. 131 842 494

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS,



Drs. DJOKO HARTANTO, MSI
NIP. 131 773 915

Tanggal : 20 Maret 1998

ABSTRACT

In this research, the influence of molar cations ratio at barium titan synthesis by sol-gel method, have been investigated.

Barium titan were prepare by direct mixing between aqueous solution of Barium nitrat and Titanium etoksida at pH \pm 1,5 followed by stirring until the sol solution is formed. Gel made with stirred and heated at the temperature around 50° C and 60 °C. Concerning the observation of Ba²⁺ and Ti⁴⁺ molar cation ratio in this research are 0,15 : 1; 0,16 : 1; 0,18 : 1 ; 0,20 : 1 and 0,22 : 1. Xerogel forms were obtained by heating of gel at temperatur 90°C. The next, annealing phase should be done for 24 hours at 700°C in order to be obtained BaTiO₃ powder. The synthesis product were characterized by x-ray diffraction and surface area determined with BET method in the solution.

The result of x-ray diffraction show that the optimum BaTiO₃ powder is formed at the molar cation ratio 15 : 1. In this ratio is obtained either the surface area value 969,68 m²/gram .



ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dipelajari pengaruh perbandingan molar kation-kation pada sintesa barium titanat dengan metode sol-gel.

Barium titanat dibuat dengan mencampurkan larutan barium nitrat dan larutan titanium etoksida pada pH + 1,5, kemudian diaduk sampai jernih (larutan sol terbentuk). Gel dibuat dengan pengadukan disertai pemanasan pada suhu 50-60 °C. Adapun perbandingan molar kation Ba^{2+} dan Ti^{4+} yang diamati pada penelitian ini adalah :0,15 : 1 ; 0,16 : 1; 0,18 :1; 0,20 :1 dan 0,22:1. Gel dipanaskan pada suhu 90 °C sehingga terbentuk xerogel. Dekomposisi xerogel diamati dengan analisa termal. Selanjutnya dilakukan tahap aneling pada suhu 700 °C selama 24 jam agar diperoleh padatan $BaTiO_3$. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan difraksi sinar-x dan pengukuran luas permukaan dengan metode BET dalam lerutan.

Hasil identifikasi dengan difraksi sinar-x menunjukkan bahwa $BaTiO_3$ terbentuk optimum pada perbandingan molar kation 15 : 1. Pada perbandingan inipun diperoleh harga luas permukaan terbesar yaitu 969,68 m²/gram.



KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT atas berkat dan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir dengan judul **"Pengaruh Perbandingan Molar Kation-kation Pada Sintesa Barium Titanat Dengan Metode Sol-Gel"**. Makalah ini disusun sebagai syarat dalam menyelesaikan kuliah Program S-1 pada jurusan Kimia, FMIPA-ITS.

Ucapan terima kasih disampaikan kepada :

1. Ibu Ir. Ninuk S, selaku pembimbing I yang sudi meluangkan waktu untuk memberi nasihat dalam penyelesaian makalah ini.
2. Ibu Dra. Irminda Kris Murwani, M.Si, selaku dosen pembimbing II serta segala saran dan perhatiannya.
3. Bapak Drs. M. Nadjib, M.S, selaku dosen wali.
4. Bapak Drs.Djoko Hartanto, M.Si, selaku ketua jurusan Kimia-FMIPA-ITS.
5. Para Bapak dan Ibu dosen Kimia FMIPA-ITS selaku penguji makalah ini.
6. Bapak Didik Prasetyoko S.Si, atas segala dorongan, nasihat dan jurnal pendukung.
7. Bapak Drs. Mugihardjo Apt. selaku staf pada Laboratorium Dasar Bersama Unair yang telah

membantu memperoleh data-data untuk penulisan skripsi ini.

8. Teman-teman sisa kelompok "BOERAT 92" (Iwan, Syahnur, Andik, Amin, Jeh, Nang, Dody, Fredy SSi, Ulin, Acuh,...).
9. Teman-teman GL "62" (Bang Muin, Mahfudz, Kukuh, Budi, Aries, Budi, Rifai dan Ir. Dastro atas jasa komputernya,...).
10. Teman angkatan 92" secara keseluruhan.
11. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penulisan makalah ini.

Penulis menyadari banyak kekurangan pada makalah ini, karena itu saran dan kritik diharapkan demi kesempurnaan makalah ini. Akhirnya semoga makalah ini dapat bermanfaat untuk kemajuan ilmu pengetahuan, Amin.

Surabaya, Maret 1998

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR JUDUL	i
LEMBAR PERSYARATAN	ii
LEMBAR PERSETUJUAN	iii
ABSTARAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
 BAB I	
PENDAHULUAN.....	1
1.1. LATAR BELAKANG.....	1
1.2. PERMASALAHAN.....	3
1.3. TUJUAN PENELITIAN.....	4
1.4. MANFAAT PENELITIAN.....	4
 BAB II	
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. MODEL STRUKTUR BARIUM TITANAT..	5
2.2. SIFAT BARIUM TITANAT.....	9
2.3. KATALIS.....	9

2.4.	PENGERTIAN SOL-GEL.....	12
2.5.	SINTESA PADATAN ANORGANIK.....	15
2.5.1	TEKNIK PEMBUATAN CARA SOL-GEL.	17
2.5.2	PENGATURAN KONDENSASI.....	17
2.6.	ANALISA TERMAL.....	19
2.7.	DIFRAKSI SINAR-X.....	22
2.8.	LUAS PERMUKAAN KATALIS PADAT...	24
BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	35
3.1.	BAHAN DAN PERALATAN YANG DIGUNAKAN	35
3.1.1	BAHAN-BAHAN.....	35
3.1.2	PERALATAN.....	35
3.2	PROSEDUR KERJA.....	36
3.2.1	TAHAP PENYIAPAN LARUTAN.....	36
3.2.2	TAHAP SOL-GEL.....	36
3.2.3	TAHAP KALSINASI.....	37
3.3.	TAHAP PENENTUAN HASIL.....	37
3.4.	PENENTUAN LUAS PERMUKAAN.....	38
BAB IV	PEMBAHASAN	42
4.1.	PREPARASI SAMPEL.....	42

4.2. PENENTUAN PERBANDINGAN MOLAR	
PREKURSOR.....	49
4.3. PROSES PELARUTAN.....	53
4.4. ANALISA TERMAL.....	54
4.5 ANALISA DIFRAKSI SINAR-X.....	55
4.6 PENENTUAN LUAS PERMUKAAN.....	63
BAB V	
KESIMPULAN DAN SARAN	64
5.1. KESIMPULAN	64
5.2. SARAN.....	65
DAFTAR PUSTAKA.....	66
LAMPIRAN.....	70

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A.	SKEMA KERJA	69
LAMPIRAN B.	PERHITUNGAN	70
LAMPIRAN C.	Data Difraksi Sinar-X perbandingan Molar Kation 0,15 : 1	71
LAMPIRAN D.	Data Difraksi Sinar-X perbandingan Molar Kation 0,16 : 1	71
LAMPIRAN E.	Data Difraksi Sinar-X perbandingan Molar Kation 0,18 : 1	72
LAMPIRAN F.	Data Difraksi Sinar-X perbandingan Molar Kation 0,20 : 1	73
LAMPIRAN G.	Data Difraksi Sinar-X perbandingan Molar Kation 0,22 : 1	73
LAMPIRAN H.	Penentuan Kurva Standar kalibrasi	74

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Perbandingan molar kation larutan Barium dengan Titanium	48
Tabel 4.2 Data konsentrasi Metilen Biru setelah adsorpsi	64
Tabel 4.3 Perhitungan Luas Permukaan BaTiO_3	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1.	Bagian unit Sel BaTiO_3	6
Gambar 2.2.	Model tetragonal BaTiO_3	6
Gambar 2.3.	Kurva Suseptibilitas	9
Gambar 2.4.	Putaran tajam Ferrolistrik.....	10
Gambar 2.5.	Arah Pelurusan elektron.....	12
Gambar 2.6.	Struktur oksigen teradsorpsi.....	14
Gambar 2.7.	Proses Hidrogenasi ZnO	14
Gambar 2.8.	Struktur Padatan berada dalam	16
Gambar 2.9.	Diagram komposisi fase padat-..	18
Gambar 2.10.	Spesies Molekul diperleh melalui .	24
Gambar 2.11.	Kurva pendinginan.....	25
Gambar 2.12.	Kurva DTA	27
Gambar 2.13.	Mekanisme terbentuknya sinar-X	28
Gambar 2.14.	Sinar X berdasarkan Hukum Bragg	29
Gambar 2.15.	Ukuran Distribusi Porositas	33
Gambar 4.1.	Struktur molekul Titanium etoksida	44
Gambar 4.2	Analisa Termal DTA dan TGA.....	54
Gambar 4.3.	Difraktogram Standar... 0,15 : 1	56
Gambar 4.4.	Difraktogram Standar....0,16 : 1	57
Gambar 4.5.	Difraktogram Standar....0,18 : 1	58
Gambar 4.6.	Difraktogram Standar....0,20 : 1	59
Gambar 4.7.	Difraktogram Standar....0,22 : 1	60
Gambar 4.8.	Hasil Analisa Difraksi Sinar X....	63
Gambar 4.9.	Kurva Regresi Linier.....	65

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Kemajuan teknologi tinggi (Hi-Tek) dewasa ini harus diimbangi dengan infrastruktur pendukung dalam berbagai disiplin ilmu, termasuk dalam ilmu bahan. Bahan yang bersifat kaku, stabil mekanis, tahan terhadap suhu tinggi serta penghantar listrik yang baik merupakan spesifikasi-spesifikasi utama dari suatu bahan. Dan diantara jenis bahan yang memiliki kriteria di atas adalah bahan-bahan jenis keramik [1].

Pada tahun 1940 terjadi perubahan besar pada bidang ilmu bahan jenis keramik ini, yaitu sejak ditemukannya suatu bahan yang memiliki sifat dielektrik dengan permeabilitas (kerentanan) sangat tinggi ($\epsilon_r = 2000-1000$). Bahan keramik jenis ini bersifat ferroelektrik (elektrokeramik) dan dikenal dengan nama barium titanat (BaTiO_3). Adanya sifat tersebut sangat mendukung kemajuan dalam bidang elektronik yang memiliki kapasitas tinggi dengan ukuran sangat kecil, misalnya transistor, kapasitor atau belakangan ini dipakai sebagai substrat elektronik. Selain digunakan

dalam bidang elektronik akibat kepolaran yang ditimbulkan dapat menghasilkan sifat pizoelektrik, pyroelektrik, dan elektrooptik yang berguna untuk nyala ultrasonik, detektor inframerah, dan prosesor nyala [2].

Sintesa barium titanat dengan struktur perovskit ini dapat dilakukan dengan beberapa cara, diantaranya adalah dengan metode padatan dan metode sol-gel. Biasanya teknik lama (konvensional) digunakan metode padatan, khususnya dalam sintesa-sintesa bubuk padatan, misalnya barium ferrit, timbal zirkonat, dan bahan-bahan yang bersifat ferromagnetik lainnya [3]. Senyawa-senyawa Dicampur dalam keadaan padat dan dikalsinasi pada suhu tinggi berakibat larutan yang diperoleh bersifat homogenitas rendah dan agregat besar yang dihasilkan sulit dipisahkan dari larutan [4]. Untuk sintesa suatu keramik jenis perovskit ini, luas permukaan yang didapat sangat kecil (kurang dari 1 mg^{-1}) sehingga katalis yang dihasilkan kurang optimum (5). Metode sol-gel dipertimbangkan dalam sintesa barium titanat karena bersifat homogenitas tinggi dan luas permukaan yang dihasilkan lebih besar sehingga absorptifitas katalis lebih merata.

Keunggulan dari metode sol-gel ini adalah reaksi-reaksi antar ionnya dalam skala atomik sehingga

dapat berlangsung dalam keadaan cair akibatnya komposisi bubuk padatan dapat dikontrol secara teliti [6]. Larutan dibentuk melalui reaksi polimerisasi anorganik secara bertahap sehingga bentuk kimia sol-gel ini dapat digunakan secara luas khususnya untuk menggambarkan sintesa-sintesa oksida anorganik yang dilakukan secara kimia basah seperti pengendapan kopresipitasi, dan termohidrolisis [7].

Pada perkembangan lebih lanjut metode sol-gel dalam sintesa padatan BaTiO_3 diperoleh kristal yang baik pada suhu selama 1000°C selama 1 jam (Yoko) [8]. Pfaff juga melaporkan sintesa sol-gel untuk logam Sr dan Ba dengan konsentrasi yang bervariasi pada suhu 900° [9]. Demikian juga Messing melaporkan bahwa harga pH larutan mempengaruhi bentuk morfologi bubuk-bubuk barium titanat.

1.2 Permasalahan

Homogenitas bubuk-bubuk padatan dengan proses sol-gel dipengaruhi oleh perbandingan komposisi senyawa pembentuknya dalam larutan (keadaan sol), sehingga pada sintesa BaTiO_3 ini akan diamati variasi perbandingan molar kation barium dan titanium yang didasarkan pada kelarutan $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ dalam air.

1.2 Tujuan Penelitian

Mencari rasio perbandingan molar kation ($\text{Ba}^{2+}/\text{Ti}^{4+}$) dalam larutan yang optimum dan mencari korelasi seberapa besar pengaruh perbandingan molar kation-kation tersebut terhadap luas permukaan yang dihasilkan.

1.3 Manfaat Penelitian

Diharapkan dengan mengetahui perbandingan molar kation-kation secara optimal maka dalam sintesa suatu padatan dengan metode sol-gel utamanya pembuatan pada padatan BaTiO_3 , akan lebih mudah dibuat dari metode sebelumnya. Serta luas permukaan yang dihasilkan berharga lebih besar sehingga akan meningkatkan absorptivitas katalis BaTiO_3 .

BAB II

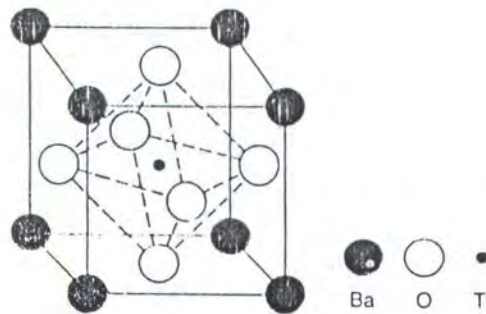
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Model struktur barium titanat

Pengetahuan tentang bentuk-bentuk struktur padatan sangat penting untuk analisa maupun sintesa senyawa anorganik, karena dengan mengetahui bentuk struktur suatu padatan maka aspek fisik maupun kimia suatu zat dapat dikenali. Kepolaran, kesetabilan, kelarutan, maupun energi kisi merupakan parameter-parameter fisik maupun kimia yang bisa diamati dari struktur padatan kristal yang berguna untuk analisa suatu bahan.

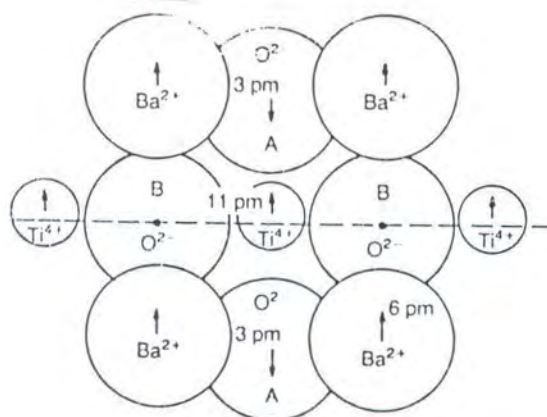
Pada struktur BaTiO_3 ini maka ion-ion alkali tanah mengganti gugus O^{2-} dalam kisi anion sedangkan Ti^{4+} menduduki posisi intersiti oktahedral yang hanya dikelilingi oleh ion-ion O^{2-} akibatnya ion Ti^{4+} berdekatan dengan cepat membentuk kation-kation divalen. Bentuk struktur seperti diuraikan di atas dapat dicirikan dengan jenis perovskit. Bentuk struktur kristal perovskit BaTiO_3 dapat dilihat pada gambar 2.1 di bawah:





Gambar 2.1 Bagian unit sel BaTiO₃ [10].

Pemindahan ion yang menyertai perubahan kubik tetragonal dapat memberikan pengertian bahwa polarisasi spontanitas yang harus dicopel terjadi dari unit sel ke unit yang lain. Dengan difraksi sinar-X dapat dijelaskan bahwa bentuk tetragonal terdiri dari empat pusat ion oksigen(B) pada fase kubik terletak pada daerah asal dapat diperlihatkan pada gambar 2.2 dibawah



Gambar 2.2 Model tetragonal Barium titanat

gambar tersebut menjelaskan bahwa jika ion pusat Ti^{4+} tertutup oleh ion O^{2-} lain, yang ditandai dengan A, maka energi yang mungkin untuk Ti^{4+} pada bagian tertentu A yang ditempatkan lebih jauh dari ion A berakibat pemindahan berlangsung sama pada seluruh ion Ti^{4+} pada bagian komponen dengan arah yang sama. Kopling antara kolom yang berdekatan terjadi pada BaTiO_3 sehingga seluruh ion-ion Ti^{4+} berpindah ke arah lain .

Pada tetragonal BaTiO_3 , energi ion Ti^{4+} dalam keadaan tersebut memiliki sumbu C yang memiliki dua bagian yang sama. Medan aplikasi pada arah sebaliknya dari proses polarisasi memungkinkan ion Ti^{4+} akan melewati energi rintang antara dua keadaan sehingga arah polaritas berlawanan terjadi pada daerah lain. Pada keadaan ini energi rintang untuk ion yang berdekatan direduksi dan seluruh daerah dipengaruhi oleh medan lain sehingga terjadi pergantian arah baru. Dengan mekanisme sama memungkinkan untuk dapat mengubah sifat kepolaran pada sudut 90° , tetapi pada keadaan ini perubahan arahnya tidak mendukung sebab arah C polar lebih panjang dari sumbu non polar. Perubahan pada sudut 90° dapat diperlihatkan melalui efek ferrolistrik melalui aplikasi tekanan selama berada pada sumbu polar sampai terjadi perubahan medan listrik. Pergantian pada suhu 180°C tidak mempengaruhi regangan-mekanis [11].

Kondisi sifat ferroelistrik BaTiO_3 biasanya dijaga pada suhu rendah sehingga pengaruh peningkatan termal pada temperatur tinggi akan berpengaruh untuk mengubah pemindahan bentuk oktahedral serta struktur asal mengalami perubahan. Suhu pada saat kristal ferroelistrik break down adalah suhu Curie (T_c). Di atas suhu Curie (T_c) material bersifat paralistrik (non-ferroelistrik). Konstanta dielektrik tinggi masih terjadi di atas T_c tetapi sisa polarisasi tidak ditingkatkan oleh pengaruh meningkatnya medan listrik. Di atas T_c , ϵ' diberikan oleh persamaan Curie-Weiss, $\epsilon' = C/(T - \phi)$, dimana C adalah konstanta Curie dan ϕ adalah suhu Curie-Weiss. Biasanya T_c dan ϕ berbeda sangat kecil [12].

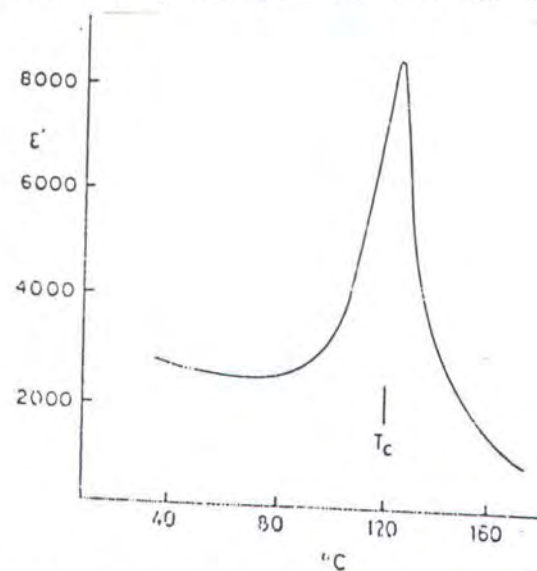
Disamping itu perlu untuk menyatakan kondisi kristal saat terjadi polarisasi spontan dimana struktur ferroelistrik ini akan menempati gugus tidak simetri pusat. Sering simetri paralistrik lebih setabil di atas T_c dan bersimetri pusat sehingga perubahan yang terjadi saat suhu rendah strukturnya tidak berpusat.

Salah satu keuntungan keramik jenis ferroelistrik adalah sifat-sifatnya yang dapat dimodifikasi dengan mudah melalui pengaturan komposisi dan mikrostruktur

keramik. Perubahan dan substitusi alternatif kation dapat dipengaruhi oleh :

1. Susunan suhu Curie (T_c) dan perubahan temperatur.
2. Hambatan dinding domain
3. Heterogenitas komposisinya
4. Pengontrolan ukuran listrik
5. Pengaturan volume oksigen dan valensi Ti

Hubungan secara jelas antara T_c dengan BaTiO_3 serta pengaruh ukuran kristal pada permeabilitas keramik dapat diperlihatkan pada gambar 2.3 di bawah :



Gambar 2.3 Kurva Suseptibilitas dengan Suhu Curie [13].

2.2 Sifat BaTiO_3

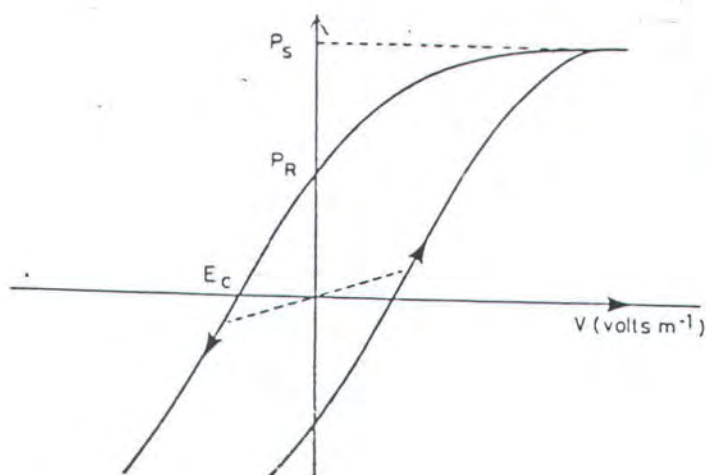
Dari struktur kristal yang telah diterangkan bahwa struktur perovskit BaTiO_3 terjadi ikatan dengan momen dipol yang berlainan. Rasio perbandingan antara kation Ti^{4+} dengan anion O^{2-} (rasio σ^+/σ^-) tidak berimbang

sehingga pada masing-masing orbital terjadi timbul momen dwikutub permanen. Suatu bahan dwikutub listrik permanen pada struktur kristalnya sehingga satuan selnya berdwikutub disebut bersifat ferrolistrik [14].

Bahan yang bersifat ferrolistrik dapat dibedakan dari keadaan dielektriknya yang dapat dipengaruhi oleh:

1. Besarnya perbedaan permeabilitasnya
2. Penguatan beberapa polarisasi listrik pada saat tegangan tinggi dimatikan.

Bila terjadi perbedaan potensial maka substansi dielektrik akan meningkat dan peningkatannya sesuai dengan polarisasi induksi sehingga muatan Q terjadi. Dengan sifat ferrolistrik ini maka hubungan linear sederhana antara P dan tegangan (V) tidak dapat sejalan, seperti diterangkan pada gambar 2.4 di bawah :

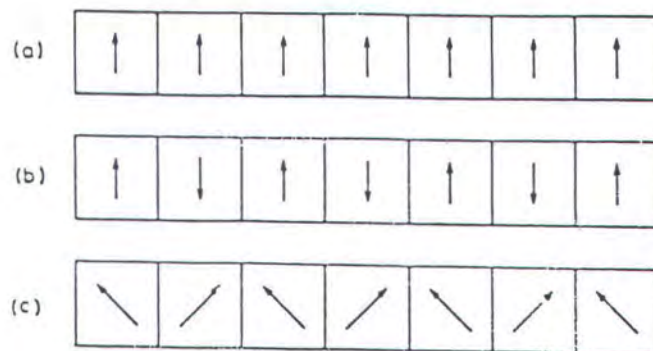


Gambar 2.4 Putaran tajam ferrolistrik. Garis pisah melewati daerah asal yang sesuai dengan material dielektrik normal.

Struktur kubus BaTiO_3 stabil di atas suhu 120°C sehingga tidak memiliki jaringan momen dipol berakibat muatan dalam keadaan simetri. Di bawah 120° maka pembelahan struktur BaTiO_3 terjadi. TiO_6 oktahedral yang tersusun tidak begitu panjang menyebabkan titanium berpindah dari pusat kubus dan searah dengan salah satu anion oksigen menyebabkan peningkatan polarisasi secara mendadak. Jika perubahan secara paralel akibat TiO_3 , maka akan menghasilkan jaringan polimerisasi yang berbentuk padatan.

Pada ferroelektrik BaTiO_3 maka oktahedral TiO_6 terjadi polarisasi sunyi yang diakibatkan oleh pengaruh medan listrik yang mendesak dipol tunggal untuk meluruskan medan listrik lainnya. Saat pelurusan dipol seluruhnya terjadi maka keadaan polarisasi jenuh sulit dicapai. Dari pengamatan sifat kemagnitan P_s yang telah diestimasi, maka terjadi pemindahan jarak titanium sejauh $0,1 \text{ \AA}$ dari pusat oktahedral yang searah dengan oksigen lain. Pengamatan ini lebih nampak bila diamati dengan difraksi sinar X. Jarak $0,1 \text{ \AA}$ atau 10 pm terlalu kecil bila dibandingkan dengan jarak ikatan rata-rata Ti^{4+} dengan O^{2-} sebesar $1,95^\circ$ pada TiO_6 (oktahedral). Pelurusan dipol dapat diterangkan pada gambar 2.5 di bawah :





Gambar 2.5 : Arah pelurusan elektron pada TiO_6 akibat pengaruh medan listrik

Jadi aplikasi medan listrik berkaitan dengan sifat kelistrikan yang ditentukan oleh sifat kepolaran. Keadaan ini dapat ditingkatkan dengan beberapa kemungkinan :

- Arah polarisasi daerah domain mungkin meningkat.
- Sifat magnit P pada daerah asal mungkin meningkat, jika orientasi secara dipol random sesuai dengan meningkatnya medan.
- Migrasi dinding daerah asal seperti orientasi terjadinya domain, dimana terjadi peningkatan saat kejadian lain tidak berubah [15].

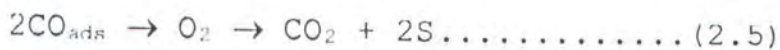
2.3 Katalis

Didefinisikan sebagai substansi yang meningkatkan kecepatan reaksi kimia menuju kesetimbangan tanpa menjadi substansi yang dikonsumsi dalam reaksi. Sebuah katalis biasanya bekerja melalui pembentukan

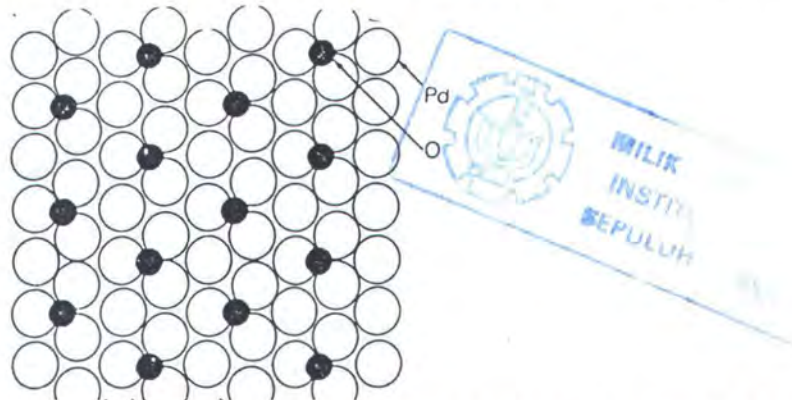
ikatan-ikatan kimia dari satu atau lebih reaktan sehingga media perubahannya tidak secara langsung mempengaruhi kesetimbangan reaksi. Reaksi katalis berlangsung dalam beberapa fase, dalam larutan, dalam proses enzim, dalam gel-gel polimer, dan dalam suatu permukaan zat padat. Mekanisme reaksi katalis pada umumnya melalui transfer ion, elektron, atau radikal-radikal bebas.

Berhubungan dengan makalah ini maka pembahasan lebih rinci dipusatkan pada proses katalis pada permukaan logam. Dan mekanisme katalisa berlangsung melalui oksidasi dan hidrogenasi pada permukaan logam. Contoh katalis jenis ini adalah perovskit ABO_3 (logam alkali tanah dan B adalah logam-logam transisi).

Mekanisme katalisa oksidasi pada permukaan logam dapat ditunjukkan seperti persamaan 2.1 di bawah :
jika ads menunjukkan spesies teradsorpsi dan S menunjukkan bagian permukaan logam, maka :

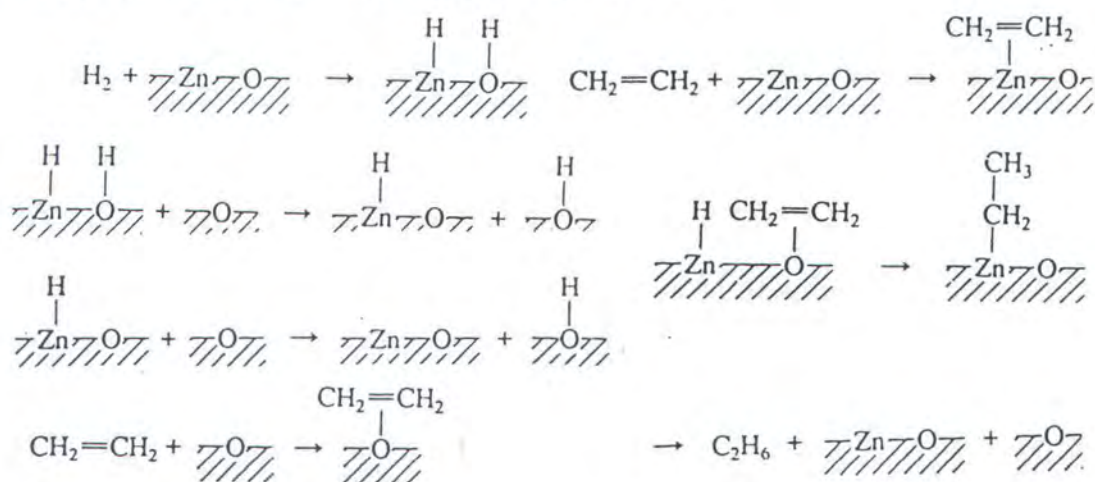


katalis jenis ini seperti pada proses oksidasi CO oleh katalis palladium (111) melalui gambar 2.6 di bawah[]:



Gambar 2.6 Struktur oksigen teradsorpsi pada permukaan Pd (111) dengan perbandingan 1 : 4 lapis tunggal seperti yang ditentukan oleh LEED.

Proses hidrogenasi secara katalisa dapat dijelaskan oleh penyerapan disertai reaksi kimia (chemisorpsi) H_2 pada permukaan zat padat, dimana atom-atom hidrogen akan berikatan pada masing-masing permukaan zat padat secara heterolitik. Hal ini dapat dijelaskan melalui adsorpsi-desorpsi H_2 pada padatan ZnO melalui mekanisme di bawah ini [16] :



Gambar 2.7 Proses hidrogenasi ZnO berkatalis disertai reaksi kimia (chemisorpsi) etilena membentuk etana [16]

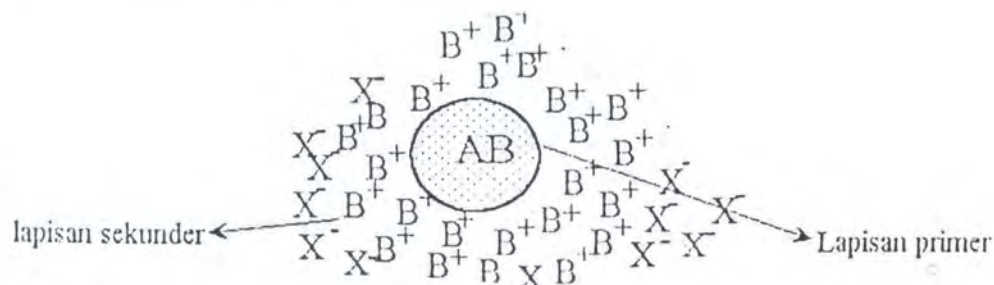
2.4 Pengertian Sol-gel

Jika suatu berkas cahaya yang kuat dilewatkan pada larutan kemudian diamati dengan mikroskop yang tegak lurus terhadap cahaya masuk, maka akan terlihat suatu pembauran cahaya. Pembauran cahaya yang terjadi biasanya disebut efek Tyndall, sedangkan partikel-partikel yang berada dalam larutan berada dalam keadaan koloidal. Ukuran partikel yang berada dalam keadaan koloidal dalam batas antara 0,2 μm sampai 5 nm. Larutan semacam ini dikatakan tidak homogen karena terisi dari suspensi partikel-partikel padat atau cair dalam cairan. Campuran semacam ini disebut sebagai sistem dispersi, cairannya disebut medium pendispersi dan koloidnya disebut fase dispersi [17].

Suatu sistem koloid dimana suatu cairan merupakan dispersinya dinamakan sol dan untuk membedakan dengan larutan sejati sifat cairan ditunjukkan dengan menggunakan awalan. Misalnya akuasal, alkosol, dan seterusnya. Zat padat yang dihasilkan pada koagulasi atau flokulasi suatu sol disebut gel [18]. Bila disederhanakan dan digunakan dalam pengertian yang lebih luas bisa dikatakan bahwa sol merupakan sistem koloid dengan fase pendispersi yang mempunyai jumlah yang lebih besar dari fase pendispersinya. Sedangkan untuk gel ialah sistem koloid yang memiliki jumlah fase

pendispersi lebih sedikit dari fase terdispersinya, sehingga pelarut terjebak pada jaringan polimerik dan tercegah keluar [19]. Tetapi dalam perkembangan lebih lanjut istilah sol-gel tidak hanya dipakai sebatas yang didefinisikan di atas namun untuk suatu kasus dimana sistem mengeras menjadi keadaan semipadat tanpa sedikitpun cairan supernatan sudah bisa disebut Gel. Bahkan beberapa pengarang memakai gel untuk suatu endapan, misalnya endapan mirip gelatin antara alumunium hidroksida dengan besi (III) hidroksida.

Secara sederhana bisa digambarkan bagaimana suatu partikel terjebak dalam larutan dapat diperlihatkan pada gambar 2.8 di bawah :



Gambar 2.8 Struktur padatan berada dalam larutan elektrolit

lapisan primer dan sekunder dianggap membentuk suatu lapisan listrik rangkap yang memberikan tingkat kesetabilan pada dispersi koloid. Lapisan-lapisan ini menyebabkan partikel-partikel koloid saling tolak-menolak dan melawan pengaruh tersebut membentuk partikel yang lebih besar dan kemudian turun ke dasar larutan [20].

2.5 Sintesa Padatan Anorganik

Ada dua macam cara pembentukan padatan anorganik, yaitu metode fase padat dan sol-gel.

2.5.1 Metode Fase Padat

Teknik preparasi bubuk padatan anorganik dengan cara lama biasanya berlangsung pada suhu tinggi antara suhu 1000°C sampai 1300°C. Misalkan dalam pembentukan BaTiO₃ berlangsung pada suhu 1250°C melalui tahap-tahap reaksi sesuai dengan persamaan reaksi 2.6, 2.7 dan 2.8 di bawah :



proses ini dapat ditunjukkan melalui penampakan keadaan antar muka bagian dalam kedua prekursor butiran pembentuknya seperti terlihat pada gambar 2.9 [21].

kombinasi langsung dari dua atau lebih padatan tidak langsung terbentuk tetapi memerlukan waktu reaksi. Proses ini biasanya membentuk kompleks yang bergantung pada luas permukaan dan keadaan strukturnya. Produk yang dihasilkan ternyata kurang menguntungkan karena akan mengurangi daerah kontak antar reaktan dan

Pada perkembangan lebih lanjut metode pembuatan suatu padatan anorganik umumnya digunakan cara kimia basah. Dimana molekul pembentuknya disiapkan dalam keadaan cair dan dilakukan pada suhu yang lebih rendah dari metode padat, sehingga proses reaksi antar atomik nya dapat dikontrol dengan baik. Beberapa teknik pembuatan padatan dengan cara ini adalah teknik presipitasi, copresipitasi, evaporasi dan ekstraksi pelarut, dan sol-gel [23]. Hal ini karena teknik-teknik tersebut menghasilkan padatan dengan kemurnian dan homogenitas tinggi, komposisi serta penampakan mikrostrukturnya lebih teratur.

2.5.2 Teknik Pembuatan Cara Sol-gel

Pembuatan material-material anorganik dengan cara sol-gel merupakan cara pendekatan baru untuk menyiapkan bubuk-bubuk padatan, misalkan jenis keramik dan gelas [24]. Metode ini secara luas telah digunakan untuk sintesa dengan menggunakan kompleksasi logam oksida. Reaksi-reaksi berlangsung dalam larutan dan mengalami konversi molekul prekursor dari jaringan oksida dengan membentuk polimer-polimer anorganik. Kebanyakan literatur memusatkan perhatian pada penyiapan silikat, Al_2O_3 , TiO_2 , atau ZrO_2 . Akan tetapi Livage mengembangkan metode sol-gel untuk sintesa transisi logam oksida.

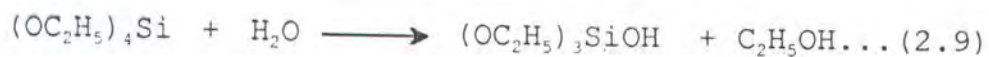


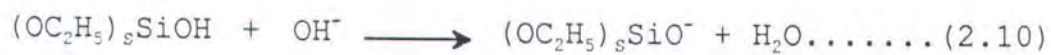
Livage dkk. mengumumkan secara luas sintesa padatan ini dengan menggunakan logam alkoksida.

Metode sol-gel melalui hidroksilasi dan polikondensasi dari molekul-molekul prekursor. Prekursor kemungkinan berubah dalam larutan garam inorganik atau senyawa organometalik. Larutan garam logam transisi dapat meliputi spesies molekul terkecil dan dipengaruhi oleh keadaan oksidasinya, pH, dan konsentrasi. Dalam sebuah artikel yang diumumkan tahun 1988 Livage dkk., melakukan peninjauan kembali untuk penyiapan dengan oksida logam transisi khususnya untuk pembentukan gel TiO_2 dan ferrihidrat [25].

Proses sol-gel telah menarik banyak peminat untuk pembuatan bubuk padatan khusus dan membentuk lapis tipis. Pada proses sol-gel, partikel-partikel koloid atau molekul dalam bentuk suspensi, sebuah bentuk sol dicampur dengan cairan menyebabkan akan bergabung secara bersama-sama membentuk jaringan secara terus-menerus disebut gel [26].

Silika gel dihasilkan dari hidrolisis dan poimerisasi larutan tetraethyl ortosilikat alkoksida sebagaimana diperlihatkan pada persamaan reaksi 2.9, 2.10, dan 2.12 di bawah :





polimerisasi gel juga dapat dibentuk melalui hidrolisis sampel lain atau campuran alkoksida lain seperti titanium dan zirkonium [27].

Proses keseluruhan dapat menghasilkan retikulum tinggi ialah polimer metastabil dengan struktur terbuka yang unit utamanya bergabung bersama-sama melalui ikatan kimia baik ikatan hidrogen, gaya dipol, atau interaksi Van der Waals. Cara kerja seperti ini dimiliki oleh pelarut supaya transfer struktur antar penampang fase padat dengan cairan dalam bentuk gel dapat ditukar tiap bagian sehingga cairan atau uap tidak terbentuk. Aerogel diperoleh ketika gel dikeringkan pada suhu kritisnya, di bawah super kritis maka struktur gel berubah ke dalam bentuk padat tanpa pemecahan. Suatu cara lain untuk menghindari penampang antarmuka uap atau cair mengemukakan bahwa cairan pertama menjadi beku dan kemudian tersublimasi. Hasil kali aerogel diperoleh cyrogel dimana kondisi-kondisi cyrogenik diperoleh melalui pemanasan [28].

Secara umum tahap-tahap metode sol-gel dapat dilakukan dengan cara sebagai berikut :

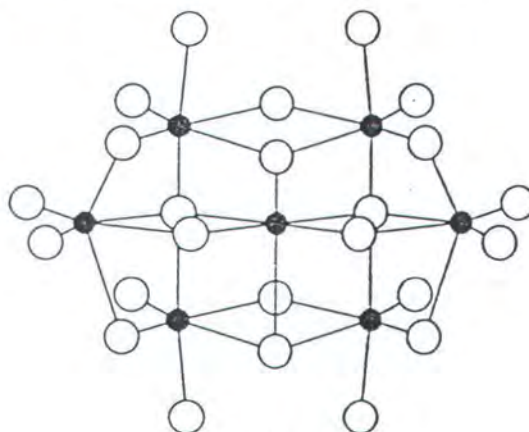
1. Metode dengan menggunakan bahan murni dalam bentuk ukuran partikel koloid. Prinsip metode ini adalah hasil endapan dari proses hidrolisis bahan anorganik dalam larutan encer menjadi larutan koloid. Pada metode ini kesetabilan sistem koloid bergantung pada pH larutan, sehingga transisi fase sol ke gel dapat timbal-balik yang ditentukan oleh konsentrasi dan kondisi pH. Contoh yang umum pada metode ini adalah pembentukan clay atau koloid alam.
2. Metode kedua didasarkan pada hidrolisis polikondensasi logam alkoksida atau non logam alkoksida atau campuran dari variasi alkoksida atau yang berhubungan dengan reagen organologam, biasanya dalam larutan alkohol atau heksena menghasilkan struktur polimerisasi. Proses ini dipengaruhi oleh struktur, ukuran, pori gel, dan bergantung juga pada beberapa faktor seperti pH, rasio air alkoksida dan lingkungan kimia alkoksida [29].

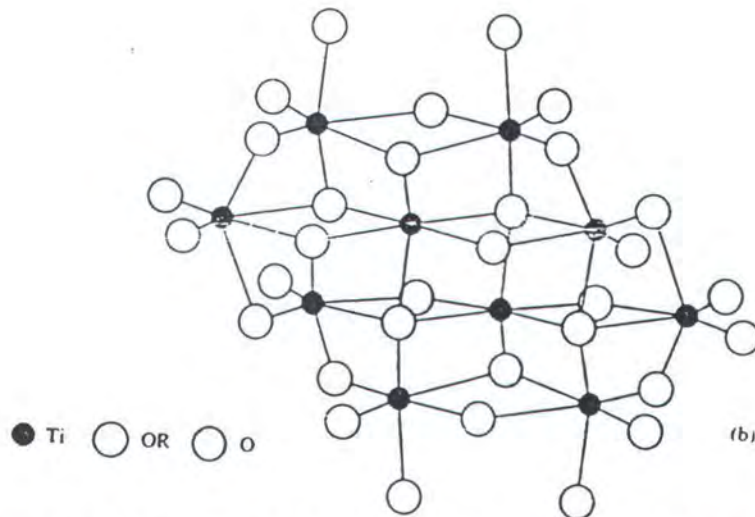
2.5.3 Pengaturan kondensasi

Reaksi hidrolisis terkontrol dari logam alkoksida ini digunakan secara luas dalam preparasi bubuk-bubuk oksida monodispers dapat mengontrol morfologi, ukuran, dan distribusi ukurannya [30]. Dimana Ligan kompleks XOH ($X = H, -CH_3$) berpengaruh pada ikatan $M-OX$ yang

tidak terhidrolisa, sehingga mencegah kondensasi dan akan membentuk spesies yang lebih kecil. Hidrolisis menimbulkan ikatan M-OH reaktif pada saat kondensasi dan akan membentuk partikel yang lebih besar. Kelompok molekul, baik oksopolimer, partikel kolodal, gel dan pengendapan dapat terbentuk saat harga reaktif hidrolisa ($1/H_2O$) dan kompleksasinya (X/M). Spesies kondensasi dilambangkan dengan x yang berarti menurun dan h berarti meningkat.

Titanium ethoksida, $Ti(OEt)_4$, memiliki sifat reaktifitas yang lebih besar pada saat hidrolisa, yang berguna untuk menjaga pengendapan TiO_2 saat air ditambahkan. Akan tetapi saat perbandingan hidrolisis lambat ($h < 1$), maka kondensasi sangat dipengaruhi oleh bentuk μ = okso dan jembatan alkokso. Oksoalkoksi oligomerik seperti $TiO_4(OEt)_{20}$ ($h=0,6$), $Ti_{10}O_8(OEt)_{24}$ ($h=0,8$) atau $Ti_{16}O_{16}(OEt)_{32}$ ($h=11$) didapatkan. Bentuk-bentuk di atas berasal dari polioksoanion yang dikenal baik dalam larutan berair [31].



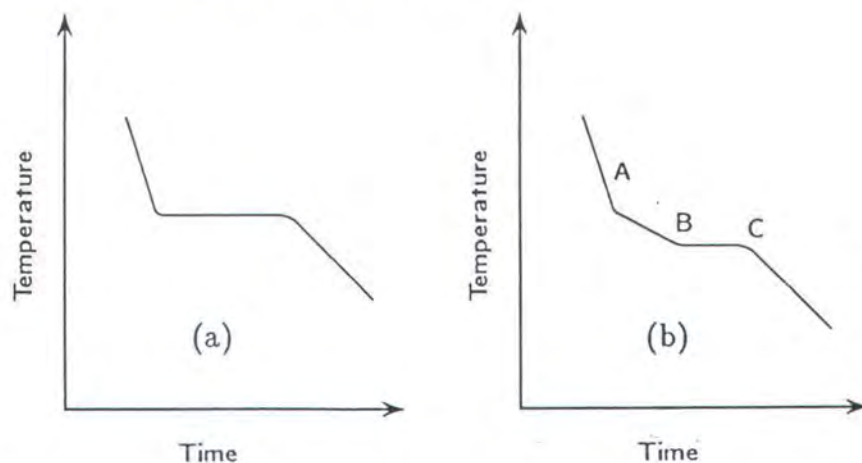


Gambar 2.10 Spesies molekul yang diperoleh melalui hidrolisa terkontrol dari $\text{Ti}(\text{OEt})_4$:
 (a) $\text{Ti}_7\text{O}_4(\text{OEt})_{20}$ ($h = 0,6$), (b) $\text{Ti}_{10}\text{O}_8(\text{OEt})_{24}$ ($h = 0,8$) [31]

2.6 Analisa Termal

Teknik analisa termal digunakan untuk mengukur sifat-sifat fisik reaktifitas material sebagai fungsi suhu. Analisa termal konvensional tergantung pada pengamatan bahwa perubahan fase menghasilkan absorpsi lain atau perubahan panas. Bila terjadi peleburan pada padatan murni maka soliditas akan mengawali dengan suhu-suhu karakteristik. Proses peleburan disertai dengan perubahan panas yang hilang. Gambar 2.11(a) menunjukkan kurva pendinginan pada saat suhu murni. Jika dua substansi sulit mencampur dalam keadaan padat dan tidak membentuk senyawa secara sempurna maka kurva pendinginan untuk larutan dapat ditunjukkan pada gambar 2.11(b). Dalam keadaan ini maka peleburan akan

berlangsung sampai komponen lain mulai memadat (A). Suhu akan terus-menerus turun (tetapi tidak tajam) sebab pendinginan larutan tidak terjadi pada suhu konstan. Penurunan suhu terus-menerus sampai temperatur (B) dijangkau dan suhu ini akan terdapat sisa sampai pemadatan sempurna (C) [32].



Gambar 2.11 (a) Kurva pendinginan pada suhu murni, (b) hasil percampuran [32]

DTA adalah teknik dimana perbedaan suhu antara bahan yang dianalisa serta zat pembanding diukur sebagai fungsi suhu yang terkontrol. Perbedaan suhu antara cuplikan dan zat pembanding dirumuskan :

$$T = T_r - T_s \dots\dots\dots (2.12)$$

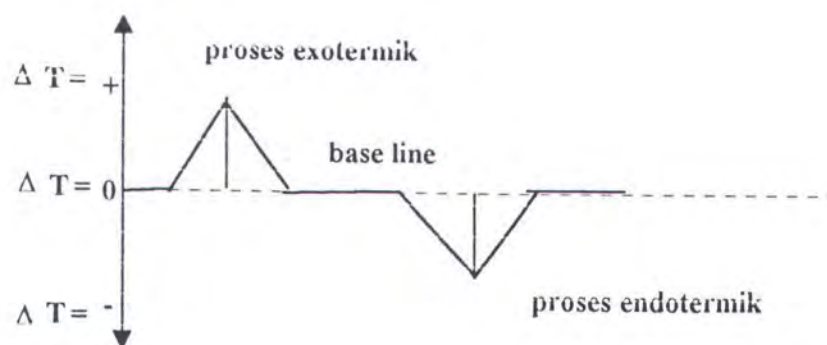
Dimana , T_r = Suhu yang teramati pada zat pembanding dan T_s = Suhu yang teramati pada cuplikan.

Selama proses berlangsung suhu dicatat terus menerus pada suatu keadaan T yang tetap pada furnace



dimana perbedaan suhu (T) dicatat antara cuplikan dan zat pembanding. Dibawah kondisi ideal perbedaan suhu hasil saat pemanasan dan pendinginan dicatat pada kecepatan proporsi seragam untuk cuplikan dan zat pembanding disekitar medium yang tergantung pada tipe instrumen yang digunakan.

Prakiraan aliran udara ekivalen pada furnace, baik sampel cuplikan atau zat pembanding, sehingga diusahakan temperatur awal antar keduanya berharga nol. Daerah dimana perbedaan suhu antara keduanya berharga nol disebut daerah *base line*. Jika fase yang lain dimodifikasi atau jika dekomposisi reaksi terjadi pada sampel karena serapan panas atau evolusi, maka gradien suhu berlawanan dengan material pembanding serta variasi suhu dicatat oleh instrumen, seperti emf yang menyimpang dari daerah *base line* awal. Besarnya deviasi dari garis nol ditentukan oleh gradien temperatur antara sampel dan material pembanding saat awal proses termal dilakukan. Perubahan-perubahan yang terjadi pada sampel meliputi proses enditermis dan eksotermis dimana simpangan yang terjadi bernilai positif atau negatif, dan T tidak sama dengan nol. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar 2.12 di bawah:



Gambar 2.12 Kurva DTA[33].

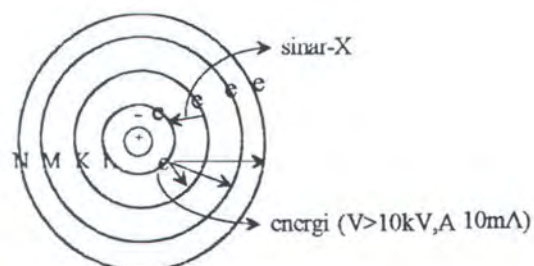
Secara sederhana dikatakan bahwa analisis bahan-bahan anorganik maupun untuk kharakterisasi polimer baik perubahan fisik maupun kimia dapat menggunakan metode DTA ini. Perubahan struktur padatan dengan kenaikan suhu dapat disajikan dalam bentuk gambar yang menyatakan penyerapan dan pelepasan panas selama proses berlangsung.

TGA adalah teknik instrumental yang menggunakan termobalance sebagai aparatnya. Metode ini merupakan pengembangan dari metode konvensional untuk menganalisa perubahan berat cuplikan saat suhu dinaikkan pada suatu padatan. Ketika sampel dipanasi pada variasi suhu tertentu, massa suatu cuplikan akan mengalami perubahan berat atau dekomposisi. Dengan menggunakan perubahan massa sebagai fungsi waktu, $m = f(t)$, maka dapat ditentukan kurva massa terhadap suhu. Prosedure ini sebenarnya kurang baik dan tidak akurat dalam

menganalisa suatu padatan tetapi belum ada cara-cara lain sampai saat di laboratorium yang dapat menggambarkan orientasi-orientasi secara akurat. Akan tetapi banyak kecepatan dan ketepatan perubahan yang terjadi dari pemakaian instrumental atau aparat termobalance ini, karena dapat menghubungkan grafik simultan atau photo recorder dari perubahan massa yang diproduksi sebagai fungsi suhu sampel [34].

2.6 Difraksi Sinar-X

Sinar-X dihasilkan dari dalam tabung sinar-X oleh tumbukan elektron-elektron yang bergerak cepat ke suatu logam sasaran. Elektron ini memiliki energi yang cukup untuk mengionisasi sebagian elektron 1S (pada kulit K) sesaat kemudian elektron yang berada pada orbital 1S yang kosong sambil memancarkan energi berupa sinar-X. Terbentuknya sinar-X dapat dilihat pada gambar 2.11 dibawah ini :

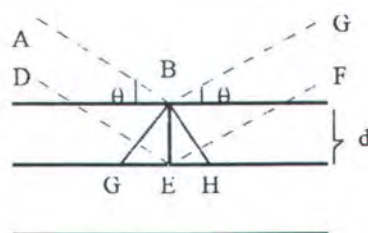


Gambar 2.12 Mekanisme terbentuknya sinar-X [35]

Sinar-X adalah radiasi elektron e^- dengan λ pendek, dimana sesuai dengan jarak antar atom ataupun bidang kristal. Pada tahun 1912, Laue adalah orang yang pertama menemukan bahwa Sinar-X dapat dipantulkan oleh atom-atom dalam bidang kristal, yang menghasilkan pola-pola yang khas pada hasil rekayasa. Pola-pola difraksi ini digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi spesies mineral.

Karakteristik radiasi yang didapat bersesuaian dengan logam susunan yang digunakan, serta terjadinya emisi akibat elektron pada kulit tertentu dari logam sasaran yang ditumbuk elektron yang bergerak dengan cepat. Radiasi yang dihasilkan apabila dari yang lebih luar menuju ke kulit K maka disebut sinar-X deret K, yang dibedakan menjadi K_α untuk elektron dari kulit L, K_β dari kulit M, demikian seterusnya [35].

Berkas sinar radiasi C_uK_α ini mengenai bidang kristal dari mineral, maka akan dipancarkan atom-atom dalam kristal seperti ditunjukkan pada gambar di bawah:



Gambar 2.13 Difraksi sinar-X dari suatu kristal berdasarkan hukum Bragg [36]

Hukum Bragg mendefinisikan bahwa $n\lambda = 2d \sin \theta$, dimana pada semua bidang kristal menentukan sinar-X bila kristal dimiringkan dengan sudut tertentu terhadap berkas sinar datang. Sudut θ tergantung pada panjang gelombang dan jarak atom. Pada gambar 2.12 berkas sinar datang DEF telah melintasi beberapa bilangan integral yang lebih jauh jika dibandingkan dengan berkas sinar datang ABCD. Apabila gelombang sebanding dengan $n\lambda$, dari gambar 2.13 terlihat bahwa perbedaan lintasan antara kedua gelombang adalah $n\lambda$ sebesar $GE + EH$, dimana EH adalah $d \sin \theta$. Dari difraksi bidang-bidang atom yang berjarak sama dan berurutan menghasilkan difraksi yang maksimum. Apabila difraksi ini diterima oleh film fotografi maka akan dihasilkan suatu seri titik-titik atau garis pita yang posisinya berhubungan langsung dengan jarak [36].

2.6 Luas permukaan katalis padat

Permukaan bentuk-bentuk katalis sangat berbeda dengan kristal-kristal tunggal. Partikel katalis biasanya terdiri dari campuran kristal-kristal kecil yang menggerombol pada daerah permukaan suatu struktur yang memiliki porisitas tinggi. Partikel-partikel utama biasanya terlalu kecil daerah strukturnya bila



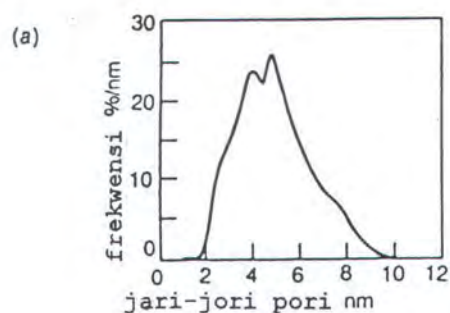
ditentukan dengan difraksi sinar X, karena fase melimpah padatan seperti tidak terbentuk. Kristal-kristal kecil memperlihatkan bidang kristal yang bervariasi dengan komposisi berbeda-beda serta menempati ruang secara acak.

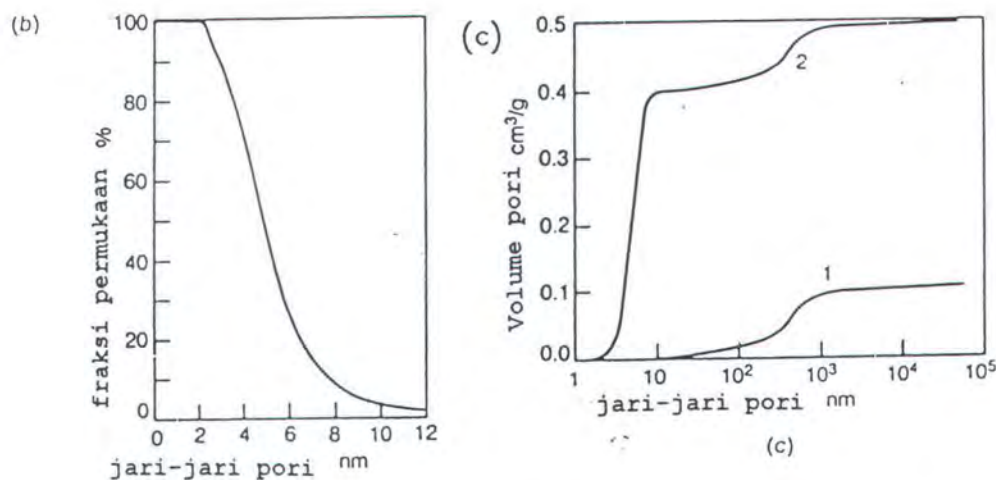
Perlunya luas permukaan katalis padat dengan bidang besar bisa dimengerti karena saat katalis bereaksi dan menempati suatu permukaan, maka kecepatan reaksi dipengaruhi oleh luas permukaan secara proporsional, jika batas lintasan diabaikan. Karena itu bentuk optimum katalis pada padatan berpori umumnya adalah memiliki luas permukaan internal yang besar. Hanya teknik-teknik tertentu untuk menghasilkan suatu katalis dengan luas permukaan per-unit volume besar. Pemusatan perhatian praktis pembuatan dengan metode ini tidak realistis, ialah umpamanya dengan menurunkan tekanan suatu reaktor secara tidak terkendali, kemudian partikel-partikel halus dapat dengan mudah diambil dari aliran produksi dan pipa-pipa pompa sekitarnya.

Sifat-sifat fisik penting adalah dalam menentukan efektifitas partikel katalis, yang ditentukan melalui pengaruh reaksi kimia dan proses terjadinya. Alat-alat telah tersedia untuk pengukuran sifat-sifat katalis baik secara otomatis maupun manual. Ada beberapa metode untuk pengukuran luas permukaan termasuk pengukuran

Luas permukaan yang ditentukan melalui pengukuran harga N_2 yang diadsorpsi. Adsorpsi N_2 pada kebanyakan permukaan tidak hanya secara kimia tetapi juga secara fisik, yang memiliki kesamaan sifat-sifat fisik kondensasi. Evaluasi data yang dikarakterisasi dengan adsorpsi N_2 didasari dengan model adsorpsi Brunauer - Emmet - Teller (BET).

Pengukuran porositas yang lebih kecil diukur dalam eksperimen secara lengkap melalui karakterisasi desorpsi N_2 dari katalis. Eksperimen adsorpsi dapat diberikan dengan informasi sama, tetapi pengaruh berkebalikan pada rantai adsorpsi-desorpsi bahan-bahan secara lengkap. Dasar pengukuran kapiler kondensasi yang terjadi pada porositas kecil dengan tekanan rendah dari uap jenuh adsorbat. Diameter porositas lebih kecil, maka terjadi penurunan tekanan uap terbesar pada cairannya. Pengukuran harga N_2 desorpsi seperti penentuan tekanan dengan distribusi porositas kecil pada jarak kira-kira 1-20 nm; jarak ini berlawanan bila diukur dengan porosimetri Merkuri. Dapat ditunjukkan pada gambar 2.14 di bawah [37]:





Gambar 2.14 Ukuran distribusi porositas $\gamma = \text{Al}_2\text{O}_3$ (a), (b) Penentuan distribusi adsorpsi N_2 dan desorpsi, (c) Distribusi ukuran makropore saat ditentukan melalui penetrasi dengan merkuri; kurva(2) Penentuan distribusi ukuran kompleks melalui kombinasi data dari kedua bagian. [37].

Luas permukaan suatu padatan dapat juga ditentukan menggunakan prinsip isoterm Langmuir yang digunakan untuk adsorpsi pada suatu larutan. Model yang dianggap mengikuti tipe Langmuir, berlaku persamaan 2.13 :

$$e = \frac{n^\alpha}{n_{\text{maks}}^\alpha} = \frac{bC}{1+bC} \dots \dots \dots (2.13)$$

atau dapat ditulis :

$$\frac{C}{n^\alpha} = \frac{1}{b} + \frac{1}{n_{\text{maks}}^\alpha} \dots \dots \dots (2.14)$$

penentuan luas permukaan dilakukan terlebih dahulu dengan menghitung harga n_{maks}^α dari aluran antara C/n^α dengan C .

Luas permukaan spesifik dihitung dari persamaan 2.15 di bawah [38] :

$$\Sigma = n_{\text{maks}}^u N_o S_o \dots \dots \dots (2.15)$$

dimana : Σ = luas permukaan spesifik

N_o = bilangan Avogadro

S_o = luas yang ditempati oleh suatu molekul
adsorbat pada permukaan

Adsorbat yang sering dipilih untuk penentuan luas permukaan adalah zat warna karena kemudahan analisis secara kolorimetri. Salah satu zat warna yang biasa digunakan adalah metilen biru, yang menurut penelitian Graham (1955) yang mempunyai luas permukaan molekuler 197 Å pada permukaan suatu padatan karbon Graphon.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan dan peralatan yang digunakan

3.1.1 Bahan-bahan :

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Titanium ethoksida 95%, Etanol 98%, Barium nitrat 99,9%, Asam nitrat 65 %, aquades, dan Metilen biru.

3.1.2 Alat-alat :

Alat yang digunakan terdiri dari peralatan gelas, peralatan penunjang, dan peralatan analisa.

a. Peralatan gelas terdiri dari :

Gelas arloji, gelas piala, pengaduk, pipet tetes, Erlenmeyer, labu ukur, gelas ukur, kuvet, pipet ukur, pengaduk.

b. Peralatan penunjang terdiri dari :

Pengaduk magnetik, Hot plate, neraca analitis, termometer, furnace, pH Meter, Mortar agate, kertas lakmus.

c. Peralatan analisis terdiri dari :

Spektronik 20-D, difraktometer sinar-X JOEL JDX 3530 dan perangkat STA Simadzu Analyzer DT-30 (DTA dan TGA) dengan detektor PR dan program UP.

3.2 Prosedur Kerja

Dibagi dalam beberapa tahap, yaitu penyiapan larutan awal, perubahan bentuk sol ke gel, kalsinasi dan analisis hasil.

3.2.1 Tahap Penyiapan Larutan Awal.

Sebanyak 1,740 g, 1,889 g, 2,176 g, 2,415 g, dan 2,718 gram barium nitrat, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, padat dilarutkan masing-masing dalam 25 mL aquades pada suhu kamar. Larutan barium nitrat dalam beker gelas kemudian disiapkan pada penangas listrik untuk analisa selanjutnya.

Titanium ethoksida cair $4,544 \cdot 10^{-3}\text{M}$, yang telah disiapkan sebelumnya diambil 1,391 mL untuk dicampurkan dengan masing-masing larutan barium nitrat. Suhu percampuran dijaga tetap antara suhu 50°C sampai 60°C dengan pengatur panas pada Hot-Plate serta pH dibuat tetap $\pm 1,5$ dengan menambahkan asam nitrat pada larutan.

3.2.2 Tahap Sol-gel

Larutan hasil percampuran diaduk terus menerus dengan kecepatan magnetik ± 150 rpm sampai nampak larutan menjadi jernih dan waktu yang diperlukan kurang lebih 4 jam. Larutan ini diuapkan terus-menerus sampai

kelihatan larutan menjadi putih pekat dan kecepatan pengadukan magnetik menjadi lambat hingga larutan memadat, terbentuklah gel. Gel yang terbentuk kemudian dikeringkan dalam oven suhu 90°C untuk menguapkan air yang menempel pada gel sehingga gel kering dapat terbentuk.

3.2.3 Tahap Kalsinasi

Gel kering yang terbentuk diambil beberapa miligram selanjutnya dimasukkan ke dalam cawan platina dari alat STA yang telah disiapkan. Digunakan titik nol $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, kemudian dilakukan pengoperasian alat dari suhu 30°C sampai 800°C dengan kecepatan pemanasan $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan direkam dengan kertas grafik $1,25\text{ mm}/\text{menit}$.

Dari data ini menunjukkan adanya berat konstan saat suhu 700°C dan tidak terjadi perubahan berat untuk suhu di atasnya. Hal ini dijadikan dasar pada penelitian ini untuk karakterisasi struktur padatan dengan difraksi sinar-X setelah kalsinasi dilakukan selama 24 jam.

3.3 Tahap penentuan hasil

Hasil yang diperoleh kemudian ditentukan karakterisasi strukturnya dengan difraksi sinar-X. Dimana beberapa miligram bubuk dimasukkan pada slit

Difraksi sinar-X yang dioperasikan pada tegangan 40 kV dan 30 mA. Sistem Slit terdiri dari divergence slit 1° , receiving slit 0,2 mm dan scattering slit 1° dengan koreksi 2-tetha = 0,01.

3.4 Penentuan Luas Permukaan

Sejumlah larutan metilen biru dengan kisaran konsentrasi 0,1 mmol/Lt sampai 1 mmol/Lt disiapkan. Larutan-larutan tersebut diambil masing-masing 100 ml, ditempatkan pada labu erlenmeyer dan ditambahkan 100 miligram padatan BaTiO_3 lalu dikocok. Setelah kesetimbangan tercapai, \pm 24 jam padatan dipisahkan dari larutan dengan sentrifuge lalu konsentrasi metilen biru ditentukan secara spektrofotometri.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penyediaan sampel

Larutan Barium Nitrat, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$, dapat disiapkan dari Barium nitrat padat ($\text{BM} = 261,35 \text{ gram/mol}$) dengan menimbang pada jumlah tertentu sesuai dengan data kelarutan Barium nitrat. Dari data [39] diperoleh bahwa kelarutan Barium nitrat adalah $8,7 \text{ gram/100 mL}$ dalam aquades pada suhu kamar. Pada penelitian ini digunakan Barium nitrat padat sebanyak 5 sampel dengan berat masing-masing sampel adalah $1,740 \text{ gram}$, $1,889 \text{ gram}$, $2,176 \text{ gram}$, $2,415 \text{ gram}$, dan $2,718 \text{ gram}$ yang dilarutkan dalam 25 mL aquades. Berat untuk masing-masing sampel dihitung sesuai dengan perhitungan 4.1 di bawah :

m = massa sampel diinginkan (gram)

v = Volume aquades (L)

s = Solubilitas Barium nitrat dalam aquades (gram/L)

$$\frac{m}{25 \text{ mL}} = \frac{8,7 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} \dots\dots\dots (4.1)$$

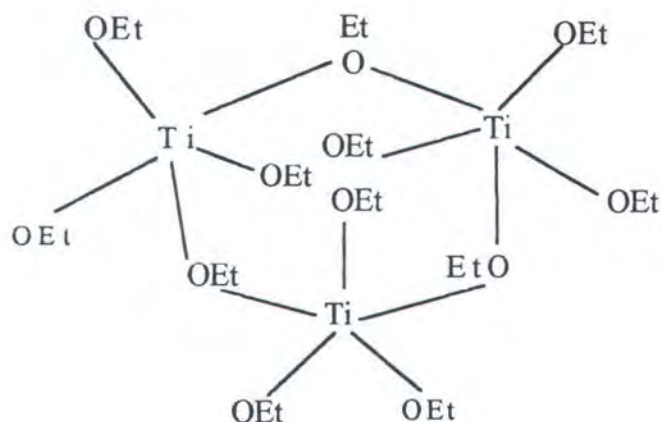
jika diinginkan $V = 25 \text{ mL}$ aquades maka massa sampel yang dibutuhkan adalah : $m = 2,175 \text{ gram}$, dengan Volume konstan sedangkan massa sampel divariasi sebanyak sepuluh kali pengujian, dipilih lima sampel yang paling

baik melarut dalam 25 ml aquades diperoleh massa sampel sesuai dengan data di atas. Metode ini didasarkan pada penelitian sebelumnya oleh J. Moreno, J. Manuel, A. Montoya, L. Vicente, dan T. Viveros yang mengamati pengaruh kadar H_2O yang ditambahkan dalam sintesa padatan $MTiO_3$ ($M = Ba, Ca, Sr, Mg$) dari $Ba(NO_3)_2$ padat dan Titanium etoksida dengan Metode Sol-gel [40].

Selain itu disiapkan juga larutan Titanium etoksida yang termasuk jenis garam-garam Alkoksida. Molekul ini bersifat tidak mudah mencampur dengan air tetapi mudah melarut dengan pelarut jenis alkohol. Hal ini bisa jadi akibat perbedaan kepolaran antara air dengan alkohol yang memiliki kepolaran lebih besar. Proses percampuran diawali dari penggabungan secara koordinasi antar molekul sebelum akhirnya terhidrolisis. Stabilitas tiap-tiap percampuran tergantung dari ukuran dan jenis logam pengikat alkoksida.

Penggabungan secara koordinasi antar alkoksida dapat juga terjadi melalui jembatan alkoksi pada saat percampuran sehingga kompleksitas molekul garam-garam alkoksida dapat disesuaikan dengan jenis pelarut yang tepat [41]. Pada penelitian ini digunakan etanol dalam melarutkan titanium etoksida untuk menjaga stabilitas termodinamik ikatan titanium dengan etoksida dan

diperoleh larutan pekat yang sangat reaktif terhadap air. Struktur titanium etoksida dapat ditunjukkan pada gambar 4.1 di bawah :



Gambar 4.1 Struktur molekul titanium etoksida dan penggabungan koordinasi yang terjadi [41]

4.2 Penentuan Perbandingan Molar Prekursor

Dalam penelitian ini sebagai prekursor pembentukan adalah $\text{BaTi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ yang dapat disiapkan dari larutan Barium nitrat dan Titanium alkoksida. Perhitungan secara stoikiometri dapat disusun sesuai dengan persamaan reaksi 4.1 di bawah :



jika reaksi berlangsung sempurna maka perbandingan mol antara Barium nitrat dengan Titanium alkoksida adalah

1:1. Ini berarti jumlah Titanium etoksida yang dicampurkan agar terbentuk $\text{BaTi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ditunjukkan dengan perhitungan 4.2 di bawah :

$$\begin{aligned}\text{mol Ba}(\text{NO}_3)_2 &= \frac{1,74 \text{ gram}}{261,35 \text{ gram/mol}} \dots\dots\dots(4.2) \\ &= 0,007 \text{ mol}\end{aligned}$$

mol Barium nitrat sebanding dengan mol Titanium etoksida sehingga berat Titanium etoksida :

$$\begin{aligned}\text{berat Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 &= \text{mol Ba}(\text{NO}_3)_2 \times M_r \text{ Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 \dots(4.3) \\ &= 0,007 \text{ mol} \times 227,88 \text{ gram/mol} \\ &= 1,517 \text{ gram}\end{aligned}$$

maka volume $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ yang harus dilarutkan, jika kadar $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ dalam larutan $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ sebesar 95% adalah:

$$\begin{aligned}\text{Volume Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 &= \frac{\text{berat Titanium etoksida}}{\text{densitas titanium etoksida}} \times 95\% \\ &\dots\dots\dots(4.4)\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}&= \frac{1,517 \text{ gram}}{1,09 \text{ gram/mL}} \times 0,95 \\ &= 1,391 \text{ mL}\end{aligned}$$

Perhitungan secara kuantitatif dalam penelitian ini dipertimbangkan sebagai standar untuk mengetahui pengaruh perbandingan molaritas kation optimum dalam sintesis suatu padatan dengan metode sol-gel dengan menggunakan prekursor bimetalik $\text{BaTi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$. Mengingat

Prekursor bimetalik memperlihatkan korelasi perbandingan secara stoikiometri antara kation-kation barium dan titanium sehingga dalam larutan terbentuk ikatan Ba-O-Ti [42]. Stoikiometri juga mempengaruhi karakteristik sampel saat dianalisa dengan Difraksi sinar-X [43].

Berdasarkan pada perhitungan 4.1, 4.2, 4.3 dan 4.4 di atas maka perbandingan molaritas kation antara barium dengan titanium dapat disusun berdasarkan perhitungan 4.5 di bawah :

jika sebesar 1,740 gram barium nitrat larut dalam 25 mL aquades, maka molaritas larutan barium nitrat adalah :

$$\begin{aligned}
 M \text{ Ba}(\text{NO}_3)_2 &= \frac{\text{massa barium nitrat (gram)}}{(\text{M}_r \text{ barium nitrat (gr/mol)} \times \text{V. barium nitrat})} \\
 &\dots\dots\dots [4.5] \\
 &= \frac{1,74 \text{ gram}}{261,35 \text{ gram /mol} \times 2,5 \cdot 10^{-2} \text{L}} \\
 &= 0,266 \text{ mol/Liter}
 \end{aligned}$$



dengan cara sama bahwa konsentrasi sampel lain dapat ditentukan sebesar 0,289 M, 0,333 M, 0,369 M, dan 0,416 Molar. Perhitungan untuk sampel lain dapat dilihat pada lampiran B.

Menurut perhitungan stoikiometri bahwa volume $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ yang diperlukan adalah 1,391 mL. Jika densitas titanium etoksida sebesar 1,09 gram/mL dan

kadar titanium etoksida dalam larutan sebesar 95% maka molaritasnya dapat dihitung sesuai dengan perhitungan 4.6 di bawah :

$$M \text{ Ti(OC}_2\text{H}_5)_4 = \frac{\text{densitas titanium etoksida (gram/mL)}}{\text{M}_r \text{ (gram/mol)}} \times 0,95 \dots\dots\dots (4.6)$$

$$= \frac{1,09 \text{ gram/mL (10}^{-3}\text{)}}{227,88 \text{ gr/mol}} \times 0,95$$

$$= 4,544. 10^{-3} \text{ Molar}$$

molaritas titanium etoksida ini dibuat tetap untuk perbandingan sampel lainnya.

Maka perbandingan molar kation-kation antara barium dengan titanium dapat dihitung sesuai dengan prosentase kation masing-masing dalam larutan. Dengan data molaritas barium nitrat dan titanium etoksida di atas maka kadar Ba^{2+} dan Ti^{4+} dalam barium nitrat dan titanium etoksida dihitung sesuai dengan persamaan 4.7 dan 4.8 di bawah :

$$\text{kadar Ba}^{2+} = \frac{A_r \text{ Ba}^{2+}}{M_r \text{ Ba(NO}_3)_2} \times \text{berat barium nitrat} \dots\dots (4.7)$$

$$= \frac{137,3}{261,35} \times 1,74 \text{ gram}$$

$$= 0,914 \text{ gram}$$

setelah dilakukan perhitungan maka molaritas Ba^{2+} dalam larutan untuk masing-masing sampel menjadi 0,1398 M, 0,152M, 0,175M, 0,194M, dan 0,218M. Sedangkan kadar Ti^{4+} dalam Titanium etoksida dihitung sesuai dengan persamaan 4.8 di bawah :

$$\begin{aligned} \text{kadar } \text{Ti}^{4+} \text{ dalam } \text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 &= \frac{A_r \text{Ti}^{4+}}{\text{BM } \text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4} \times d.\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 \times 0,95 \\ &\dots\dots\dots (4.8) \\ &= \frac{47,88}{227,8} \times 1,09 \text{ gram/mL} \times 0,95 \\ &= 0,218 \text{ gram/mL} \end{aligned}$$

molaritas Ti^{4+} setelah dihitung diperoleh sebesar 0,955 mol/L.

Perbandingan molaritas masing-masing sampel kemudian dapat di tunjukkan pada tabel 4.1. Perhitungan secara rinci dapat dilihat pada lampiran B.

Tabel 4.1 Perbandingan molar kation larutan barium dengan titanium etoksida.

SAMPEL	Molaritas kation barium	Molaritas $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$
I	0.15	1
II	0.16	1
III	0.18	1
IV	0.20	1
V	0.22	1

4.3 Proses pelarutan (solvation)

Mula-mula barium nitrat padat dilarutkan dengan aquades dalam labu takar hingga volume larutan 25 mL. Kemudian larutan barium nitrat tersebut dipindahkan dalam gelas kimia dan diletakkan pada pemanas listrik (Hot-plate). suhu diatur pada suhu kamar sambil diaduk terus menerus sampai suhu 50°C - 60°C dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Akibat kenaikan suhu ini maka larutan barium nitrat tidak mengalami perubahan secara fisik baik terbentuk gumpalan-gumpalan putih maupun warna larutan. Larutan tersebut kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit dengan larutan titanium etoksida.

Pada proses percampuran ini digunakan suhu 50°C sampai 60°C untuk menjaga komposisi bubuk padatan yang terbentuk. Hal ini terutama dihubungkan dengan sifat dielektrik padatan dengan metode ini yang pernah diteliti sebelumnya oleh Haeywing, yang mengemukakan bahwa konstanta dielektrik padatan Barium titanat menurun dengan tajam sampai suhu 60°C kemudian akhirnya konstan untuk suhu di atasnya [43].

Penambahan larutan titanium etoksida mengakibatkan larutan yang semula jernih membentuk gumpalan-gumpalan putih atau yang disebut dengan koagulasi. Koagulasi ini disebabkan karena larutan ini sangat reaktif terhadap air sehingga akan berikatan secara koordinasi melalui

serangan substitusi nukleopilik. Mekanisme substitusi nukleopilik pada titanium etoksida dengan air dapat ditunjukkan menurut persamaan reaksi 4.2 di bawah :



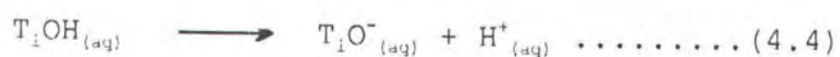
demikian seterusnya, akibat pengadukan terus menerus mengakibatkan titanium etoksida membentuk titanium hidroksida yang berwarna putih.

Setelah seluruh larutan titanium ethoksida habis bereaksi maka larutan yang semula putih akan menjadi jernih dan lama waktu yang dibutuhkan kurang lebih 4 jam. keadaan ini menandai proses terjadinya sol dimana fase padat terdispersi dalam medium pendispersi larutan barium nitrat. Proses ini tidak berlangsung lama karena nampak bahwa larutan mengalami kenaikan viskositas sebagai akibat lepasnya uap air melalui reaksi polikondensasi antar gugus etoksida membentuk jaringan dua dan tiga arah. Proses terjadinya reaksi polikondensasi dapat dilihat pada persamaan reaksi 4.3 di bawah :



Pada tahap ini pemanasan dan pengadukan dilakukan secara konstan. Air terus menerus diuapkan dari campuran sehingga viskositas larutan meningkat dengan tajam dan membentuk gelatin. Proses pembentukan gelatin tersebut disebabkan dari terjadinya percampuran dua logam alkoksida antara barium dengan titanium etoksida dengan perbedaan sifat elektronegatif masing-masing logam [44].

pH pada proses ini dijaga dalam kondisi asam, kurang lebih 1,5, dengan cara menambahkan sedikit demi sedikit asam nitrat. Hal ini berguna untuk menjaga stabilitas kondensasi antara air dengan titanium etoksida. Dissosiasi asam akan terjadi pada pH ini karena kation-kation titanium lebih elektronegatif dari hidrogen. Sehingga elektron bergeser ke arah logam dan mengaktifkan muatan positif H^+ yang menjaga keasaman larutan [45]. Persamaan reaksi 4.4 memperlihatkan kejadian ini seperti di bawah ini :



akibat dissosiasi ini maka kation barium berkompetisi dengan kation titanium dalam larutan dan berikatan secara koordinasi menurut asam basa lewis membentuk molekul $BaTi(OC_2H_5)_4$. Pengaruh pH pada sintesis padatan dengan metode sol-gel ini juga digunakan pada

penelitian sebelumnya oleh Teicher dan Nicholan untuk penyediaan precursor [46].

Gel-gel yang diperoleh kemudian dikeringkan untuk mengurangi air yang masih teradsorpsi pada permukaan sehingga diperoleh gel yang lebih kering untuk selanjutnya dianalisa dengan TGA dan DTA.

4.4 Analisa Termal

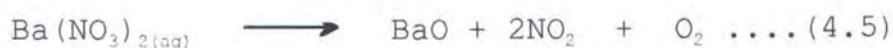
Untuk mengetahui suhu pembentukan padatan BaTiO_3 , maka digunakan analisa DTA dan TGA. Dimana kurang lebih 0,5 mg cuplikan diambil kemudian dimasukkan alat termogram dan kecepatan pemanasan dijaga pada suhu 10°C per menit. Kenaikan suhu diatur dari suhu 30°C sampai 800°C dengan pertimbangan bahwa terjadi pengurangan berat konstan pada suhu kurang dari 800°C . Hasil analisa DTA dan TGA dapat ditunjukkan pada gambar 4.2.

Data TGA dan DTA pada penelitian ini terdapat tiga keadaan kehilangan berat cuplikan. Suhu antara 30°C sampai 240°C terjadi kehilangan berat cuplikan sebesar 4,5%, hal ini akibat dari penguapan air secara fisik baik yang teradsorpsi atau yang terperangkap dalam pori. DTA menunjukkan puncak endotermik secara tajam pada suhu 70°C sampai 112°C . Hilangnya komposisi cuplikan dengan penguapan air ini dijelaskan dengan lepasnya air

yang terikat secara fisik pada $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ menjadi $\text{Ba}(\text{OH})_2$ yang terjadi pada suhu 78°C .

Keadaan kedua terjadi pada suhu 240°C sampai 550°C yang mengalami kehilangan berat cuplikan sebesar 13,9%. Hilangnya berat sebesar ini diperkirakan dengan terjadinya pembakaran material-material organik. Hal ini ditunjukkan dengan terbentuknya puncak eksotermik pada suhu sekitar ini. Puncak eksotermik yang kurang tajam ini akibat kuatnya ikatan antar alkoksida untuk membentuk jaringan polikondensasi dua dan tiga arah.

Fenomena termal ketiga terjadi pada suhu antara 550°C sampai 690°C yang mengalami kehilangan berat cuplikan sebesar 23,148%. Puncak endotermik terjadi pada suhu 580°C , dan 640°C . Hal ini akibat dari dekomposisi Nitrat membentuk BaO dan NO_2 menurut persamaan reaksi 4.5 di bawah :

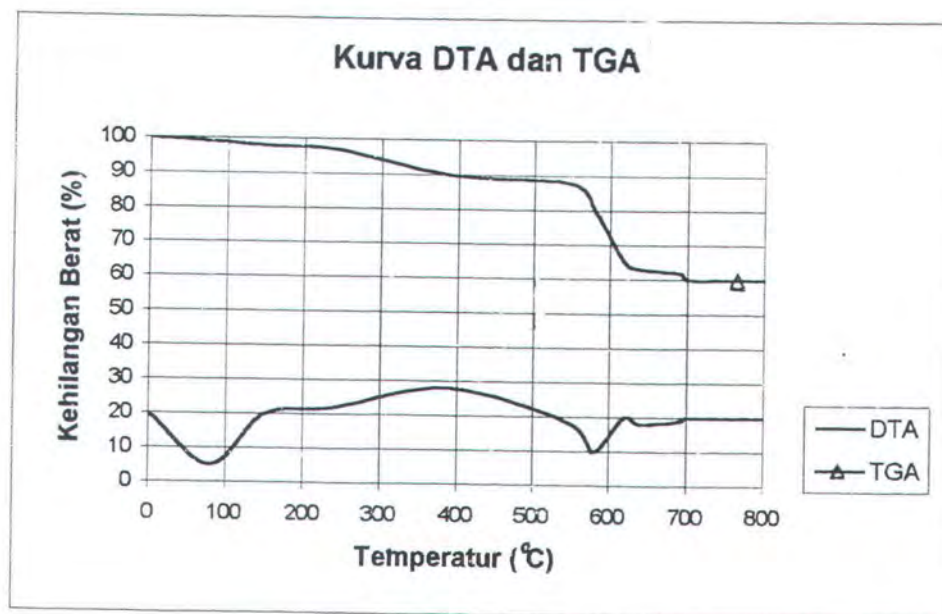


fenomena termal ketiga ini mengakhiri seluruh proses kehilangan berat yang terjadi karena nampak pada gambar 4.2 terjadi pengurangan berat konstan saat suhu lebih besar dari 700°C .

Jumlah total prosentase berat sampel yang hilang dari TGA dan DTA sebesar 41,5%. Data tersebut didukung



dengan data pengurangan berat sampel sebelum dan sesudah kalsinasi dilakukan. Sebesar 1,5 gram sampel dikalsinasi pada suhu kamar sampai 700°C selama 48 jam dan berat sampel sisa sebesar 0,85 gram maka prosentase pengurangan berat sampel sebesar 43,3% (cara penghitungan dapat dilihat pada lampiran C). Selisih prosentase pengurangan berat antara analisa termal TGA dan DTA dengan kalsinasi dipengaruhi oleh perbedaan berat sampel yang dianalisa, koreksi alat, dan transfer panas yang terjadi.



Gambar 4.2 Analisa termal TGA dan DTA yang disiapkan dari prekursor barium nitrat dan titanium etoksida

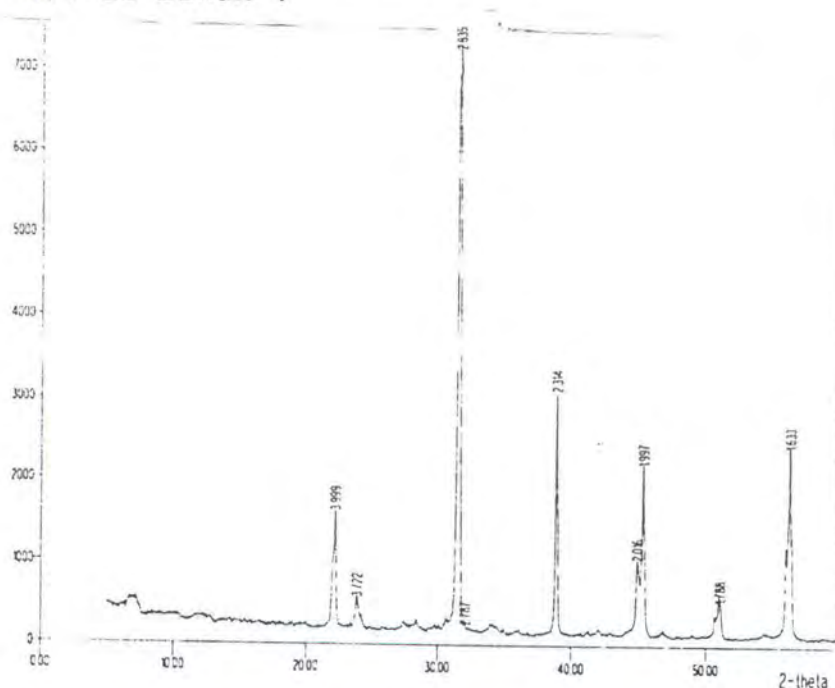
4.4 Analisa Difraksi Sinar-X

Xerogel (padatan kering) yang berbentuk bubuk ditempatkan dalam susunan sinar-X monokromatis. Tiap partikel bubuk dianggap berkelakuan seperti kristal kecil atau gabungan dari partikel-partikel yang lebih kecil. Kristal ini digambarkan melalui petunjuk-petunjuk sinar secara acak sehingga kristal tersebut akan ditunjukkan secara tepat sebagai bidang-bidang kristalin. Tiap bagian bidang kisi akan dipantulkan sehingga massa bubuk ekuivalen untuk kristal-kristal tunggal yang berotasi tidak pada satu arah tetapi keseluruhan bidang. Informasi tersebut kemudian ditangkap dan dicatat dengan komputer.

Pada penelitian ini Difraksi sinar-X digunakan untuk mengamati komposisi padatan, yang disintesa dengan metode sol-gel dan disusun berdasarkan perbandingan molar kation-kation pembentuknya. Ada lima perbedaan perbandingan molar kation-kation larutan barium dengan titanium etoksida yang dianalisa berdasarkan kedudukan puncak karakteristik padatan yang dibandingkan dengan difraktogram standar padatan BaTiO_3 . Data sesuai dengan tabel 4.1.

Padatan hasil dengan perbandingan 0,15 : 1, terdapat 9 puncak karakteristik pada 2θ yang berbeda. Bila dibandingkan dengan difraktogram standar maka ada

7 puncak-puncak bersesuaian. Puncak tersebut terdapat pada 2θ : $22,2^\circ$, $31,5^\circ$, $38,89^\circ$, $44,93^\circ$, $45,37^\circ$, $51,05^\circ$, dan $56,29^\circ$. Puncak-puncak lain pada 2θ : $23,89^\circ$ dan $32,09^\circ$ merupakan puncak-puncak pengotor dari padatan lain. Hasil analisa difraksi sinar-X dapat ditunjukkan pada gambar 4.3 di bawah :

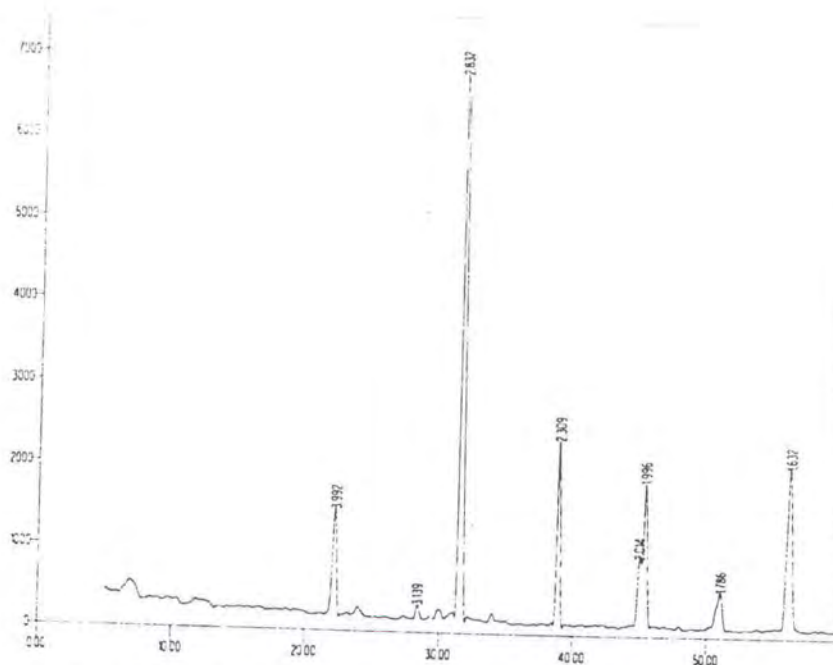


Gambar 4.3 difraktogram sinar-x dengan perbandingan molar kation 0,15 : 1.

Setelah dimatch (dicocokkan) dengan puncak-puncak kristal TiO_2 maka pengotor tersebut ada kecenderungan kristal jenis ini.

padatan dengan perbandingan molar kation-kation 0,16 : 1, maka terdapat 8 puncak karakteristik pada 2θ yang berbeda. Bila dibandingkan dengan difraktogram

standar padatan BaTiO_3 , maka ada 7 puncak pada 2θ yang bersesuaian. Kedudukan puncak tersebut pada 2θ : $22,25^\circ$, $31,57^\circ$, $38,97^\circ$, $44,97^\circ$, $45,41^\circ$, $51,09^\circ$, dan $56,33^\circ$. Puncak-puncak lain terdapat pada 2θ : $28,41$ dan merupakan puncak pengotor tunggal pada padatan ini. Hasil difraksi sinar-X dapat ditunjukkan pada gambar 4.4 di bawah :

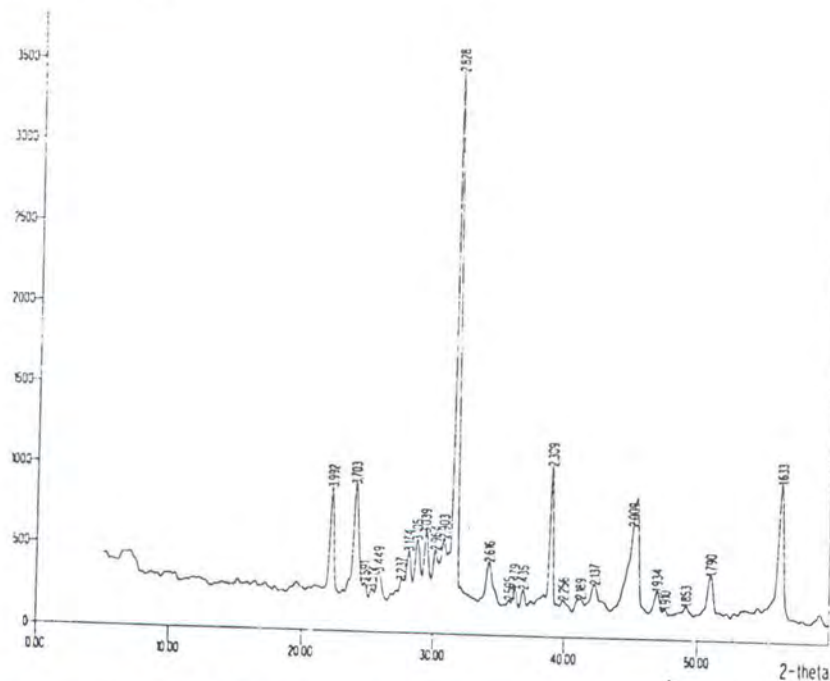


Gambar 4.4 difraktogram sinar-X untuk perbandingan molar kation 0,16 : 1

Setelah dicocokkan dengan puncak pada kristal BaO maka ada kecendrungan bahwa jenis pengotornya adalah kristal BaO .

Padatan dengan perbandingan molar kation-kation 0,18 : 1, maka terdapat 26 puncak karakteristik pada 2θ

yang berbeda. Bila dibandingkan dengan difraktogram standar padatan BaTiO_3 , maka ada 5 puncak-puncak karakteristik bersesuaian. Puncak-puncak tersebut pada 2θ : $22,25^\circ$, $31,6^\circ$, $38,97^\circ$, $50,97^\circ$, dan $56,29^\circ$. Hasil analisa difraksi sinar dapat ditunjukkan pada gambar 4.5 di bawah :

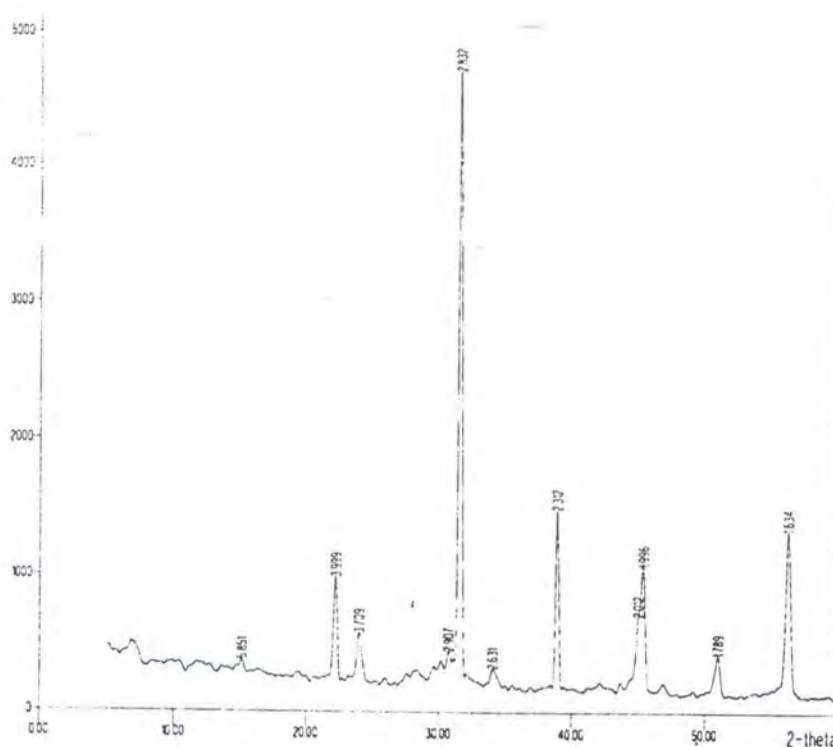


gambar 4.5 difraktogram sinar-X untuk perbandingan molar kation 0,18:1

Banyaknya puncak pada keadaan ini bila dibandingkan dengan yang lain menyebabkan adanya interpretasi sendiri dalam mengidentifikasi. Puncak-puncak ini bila dicocokkan dengan kristal Ba_2TiO_4 , maka terdapat lebih banyak puncak yang bersesuaian bila dibandingkan dengan kristal BaTiO_3 standar. Hal ini menjelaskan bahwa kristal yang terbentuk pada perbandingan ini adalah

Ba_2TiO_4 . ini bisa terjadi akibat pengaturan pada saat penyiapan larutan awal.

Padatan hasil dengan perbandingan molar kation-kation 0,20:1 maka terdapat 11 puncak karakteristik pada 2θ yang berbeda. Bila dibandingkan dengan difraktogram standar kristal BaTiO_3 maka terdapat 6 puncak bersesuaian. Puncak-puncak tersebut terletak pada 2θ : $22,2^\circ$, $31,57^\circ$, $38,93^\circ$, $45,01^\circ$, $51,56^\circ$, dan $56,37^\circ$. Hasil analisa dapat ditunjukkan pada gambar 4.5 di bawah :

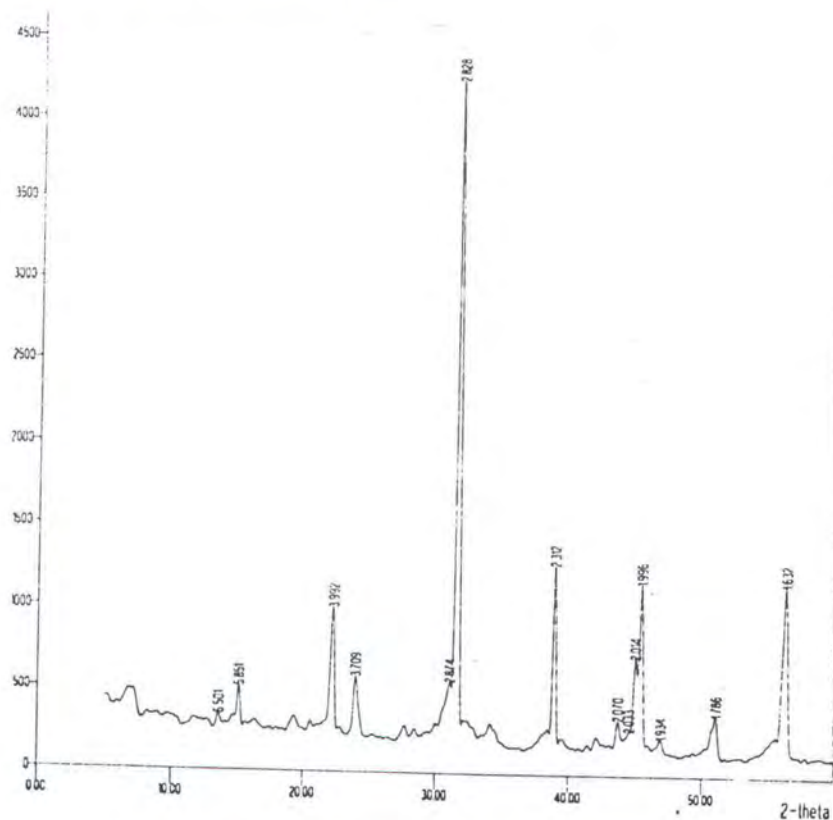


Gambar 4.5 difraktogram sinar-X untuk perbandingan molar kation 0,20 : 1

Puncak-puncak lain pada padatan ini merupakan puncak kristal jenis lain. Dan setelah dicocokkan dengan

puncak-puncak kristal TiO_2 maka ada kecendrungan kristal jenis ini.

Padatan dengan perbandingan molar kation-kation 0,22 : 1 maka terdapat 14 puncak kharakteristik pada 2θ yang berbeda. Bila di bandingkan dengan puncak-puncak kristal pada difraktogram standar maka ada 7 puncak bersesuaian. Puncak-puncak tersebut terletak pada 2θ : $22,2^\circ$, $31,5^\circ$, $38,9^\circ$, $44,97^\circ$, $45,4^\circ$, $51,09^\circ$, dan $56,3^\circ$. Puncak-puncak lain merupakan pengotor dari kristal padatan jenis lain. Hasil analisa dapat ditunjukkan pada gambar 4.6 di bawah :



Gambar 4.6 difraktogram sinar-X untuk perbandingan molar kation 0,22 : 1

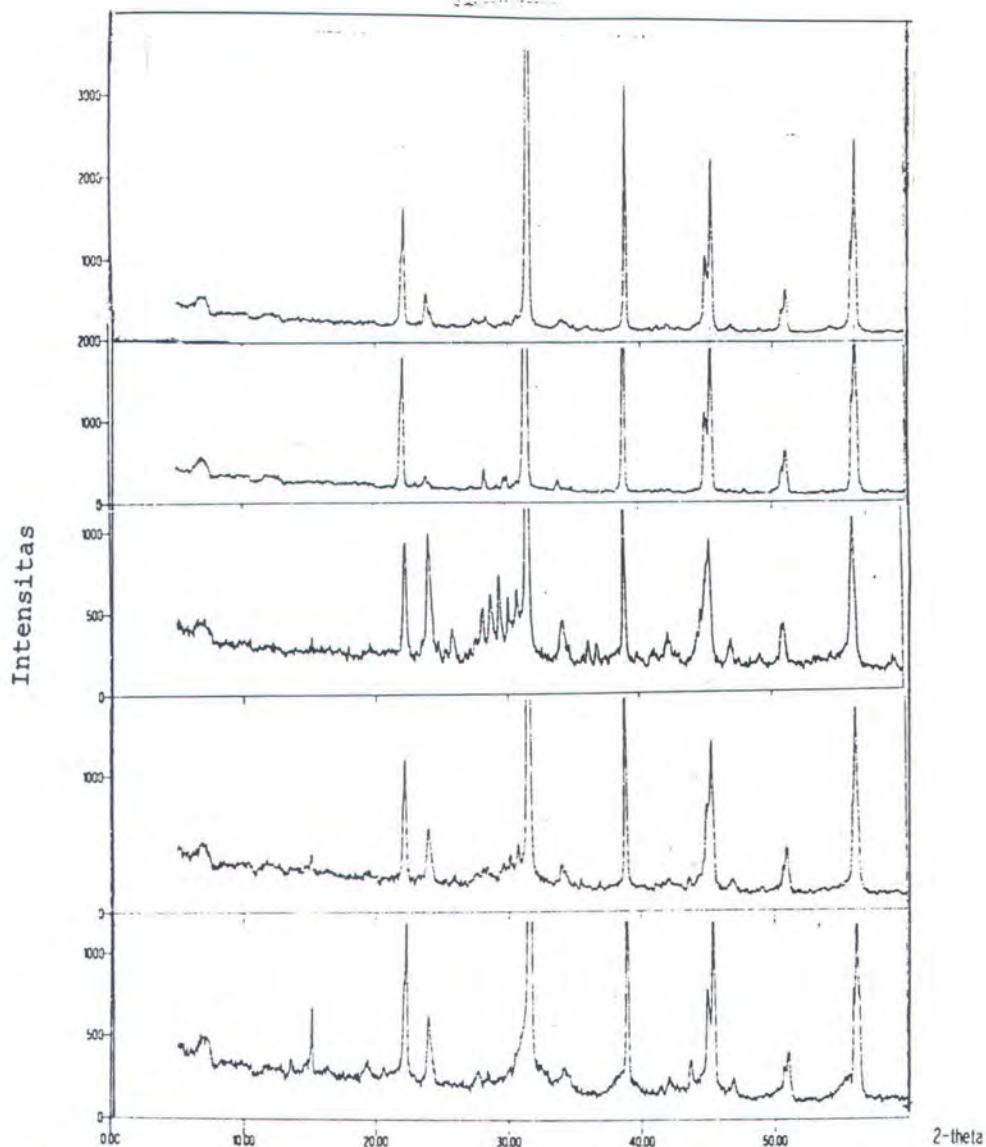
Setelah dicocokkan dengan puncak-puncak kristal TiO_2 dan Ba_2TiO_4 , maka ada kecendrungan kuat pengotor jenis ini.

Identifikasi padatan dengan karakterisasi puncak-puncak di atas diperoleh padatan terbaik untuk BaTiO_3 pada perbandingan molar kation-kation 0,15 : 1 dan 0,16 : 1. Hal ini karena sedikitnya pengotor pada masing-masing padatan hasil serta kedudukan puncak-puncak yang terjadi. Karenanya sulit dipilih untuk mendapatkan padatan BaTiO_3 terbaik bila didasarkan pada kedudukan puncak (20) saja sehingga dicari alternatif lain untuk memecahkannya. Ialah dengan mempertimbangkan tingginya intensitas puncak pada kedudukan 20 dari puncak-puncak sinar yang didifraksikan. Ternyata pada perbandingan 15 : 1 tinggi intensitas puncak lebih bersesuaian dengan tingginya intensitas dari 16 : 1 bila dibandingkan dengan difraktogram standar kristal BaTiO_3 .

Gambar 4.7 menunjukkan adanya keteraturan kedudukan puncak-puncak tunggal dengan perbandingan molar kation lebih kecil. Ini ditandai dengan semakin sedikitnya puncak-puncak kristal pengotor dari padatan jenis lain kecuali pada perbandingan 0,17:1 yang lebih cenderung terbentuk kristal metatitanat Ba_2TiO_4 . Walaupun demikian pada perbandingan 0,15 : 1 masih

terdapat puncak kristal-kristal jenis lain yang dipresentasikan dengan kristal TiO_2 . Hal ini bisa jadi karena fase tunggal untuk perovskit diperoleh pada kalsinasi suhu 900°C yang masih lebih rendah dari fase padatan [47]. Kalsinasi suhu 700°C selama 12 jam pada pembentukan perovskit dari preparasi larutan awal berbeda menunjukkan masih tersisa 20 % campuran oksida [52]. Z. Zhong dan P. Gallagher menunjukkan bahwa reorganisasi atom-atom dalam membentuk tetragonal BaTiO_3 membutuhkan temperatur relatif tinggi ($T = 1100^\circ\text{C}$) dan waktu kalsinasi 5 jam.

Lamanya waktu kalsinasi pada penelitian ini sangat berpengaruh pada pembentukan penampakan kedudukan puncak-puncak tunggal dengan intensitas yang tinggi karena lama waktu kalsinasi mempengaruhi reorganisasi pembentukan struktur perovskit. S.Swasmoro, Djoko Hartanto, dan M.Dhani [48] mengemukakan bahwa parameter kisi akan naik dengan lamanya waktu kalsinasi tetapi masih lebih kecil dari kubik BaTiO_3 ($a = 4,031 \text{ \AA}$) dan tetragonal BaTiO_3 ($a = 3,994 \text{ \AA}$ dan $C = 4,038 \text{ \AA}$).

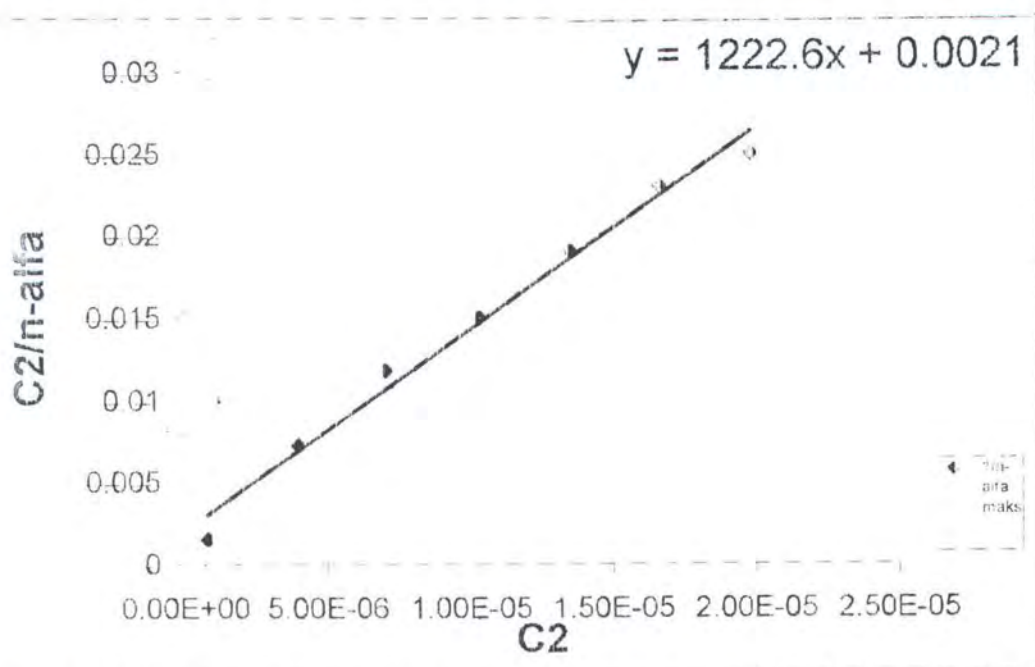


Gambar 4.7 Hasil analisa Difraksi Sina-X untuk perbandingan molar kation yang berbeda, dari bawah ke atas menuju perbandingan lebih kecil

4.5 Penentuan Luas Permukaan

Luas permukaan padatan BaTiO_3 ditentukan dari isotherm adsorpsi metilen biru yang diketahui luas molekulernya 197 Å. Isotherm adsorpsi dibuat dengan

dari data pada tabel 4.2 dapat dibuat aluran C_2/n^α terhadap C_2 memperoleh harga n_{maks}^α yaitu kapasitas adsorpsi maksimum dari adsorben. Harga $1/n_{maks}^\alpha$ adalah harga kemiringan garis yang diperoleh dari aluran tersebut sehingga n_{maks}^α dapat ditentukan. Gambar 4.10 adalah aluran C_2/n^α terhadap C_2 . Hasil perhitungan secara analisa regresi linier diperoleh harga $1/n_{maks}^\alpha$ sebesar 1222,6 dan n_{maks}^α menjadi $8,179 \cdot 10^{-4}$.



Gambar 4.10 Kurva regresi linier antara C_2/n^α dan C_2

Adanya harga n_{maks}^α memungkinkan penentuan luas permukaan spesifik padatan $BaTiO_3$. Dengan mengambil harga bilangan Avogadro $6,02 \cdot 10^{23}$ dan luas molekuler metilen biru $197 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2$ pada padatan $BaTiO_3$ maka diperoleh harga luas permukaan padatan $BaTiO_3$ adalah $969,98 \text{ m}^2/\text{gr}$.

Data pengukuran dan perhitungan untuk masing-masing perbandingan molar kation-kation dapat ditunjukkan pada lampiran I sampai L. Dengan cara sama seperti perhitungan di atas maka luas permukaan untuk masing-masing perbandingan dapat dilihat pada tabel 4.3 di bawah :

Tabel 4.3 Data perhitungan luas permukaan padatan BaTiO_3

Perbandingan Molar Kation barium : $\text{Ti}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$	Luas Permukaan (m^2/gram)
0,15 : 1	969,98
0,16 : 1	931,14
0,18 : 1	930,00
0,20 : 1	930,53
0,22 : 1	952,65

Dari data tabel 4.3 di atas menunjukkan bahwa luas permukaan untuk masing-masing konsentrasi berharga relatif besar bila digunakan cara isoterm Langmuir. Tetapi untuk perbandingan 0,15 : 1 luas permukaan BaTiO_3 berharga paling besar bila dibandingkan dengan perbandingan lainnya. Hal ini akibat dari terbentuknya bubuk-bubuk padatan tunggal yang mengandung paling sedikit padatan pengotor jenis lain seperti dijelaskan pada difraktogram sinar-X.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pembuatan bubuk padatan BaTiO_3 dengan metode Sol-gel dipengaruhi oleh komposisi molar kation-kation penyusunnya. Dari hasil analisa pada penelitian ini diperoleh hasil yang optimum saat perbandingan molar kation ion barium dengan titanium ethoksida 0,15 : 1, dimana suhu percampuran 50°C sampai 60°C , $\text{pH} = \pm 1,5$, dan suhu aneling 700°C . Hal ini dapat ditunjukkan dari data difraksi sinar-X yang memberikan puncak-puncak pada $2\theta = 22,2^\circ, 31,5^\circ, 38,89^\circ, 44,93^\circ, 45,37^\circ, 51,05^\circ$, dan $56,29^\circ$ dimana data ini bersesuaian dengan difraktogram standar untuk padatan BaTiO_3 .

Luas permukaan padatan hasil diukur dengan isotherm Langmuir yang didasarkan pada adsorpsi padatan dalam larutan, diperoleh luas permukaan untuk setiap perbandingan menunjukkan harga relatif besar. Dan pada perbandingan molar kation 0,15:1 diperoleh luas permukaan padatan BaTiO_3 sebesar $969,98 \text{ m}^2/\text{gram}$. Hasil ini lebih besar bila dibandingkan dengan perbandingan molar kation lain karena terbentuknya bubuk padatan tunggal dan sedikit pengotor padatan jenis-jenis lain.

5.2 Saran

Dengan mempertimbangkan pada penelitian sebelumnya untuk sintesa suatu padatan BaTiO_3 , maka penggunaan alkoksida yang berbeda akan mempengaruhi ukuran partikel bubuk padatan hasil. Alkoksida rantai panjang seperti isopropil alkoksida, butoksida, dan seterusnya memberikan hasil yang lebih baik terutama dalam hal ukuran dan porisitas butir. Karena itu perlu dikaji sendiri penggunaan alkoksida yang optimum.

Suhu aneling dalam penelitian ini digunakan suhu 700°C dengan pertimbangan bahwa struktur perovskit BaTiO_3 mulai terbentuk. Akan lebih baik jika variasi suhu aneling ditetapkan untuk menghindari pengotor-pengotor padatan yang masih tersisa, baik BaO , TiO_2 maupun produk metatitanat Ba_2TiO_4 .

Dalam penentuan luas permukaan digunakan isotherm Langmuir pada penelitian ini, tetapi dapat juga digunakan cara lain ialah BET dimana adsorpsi padatan diukur dari adsorpsi maupun desorpsi dengan gas N_2 cair dengan suhu 74° Kelvin. Dengan pertimbangan seperti di atas maka diharapkan dalam sintesa padatan BaTiO_3 diperoleh hasil yang lebih baik dan bermanfaat khususnya untuk memperluas absorptivitas katalis BaTiO_3 .

DAFTAR PUSTAKA

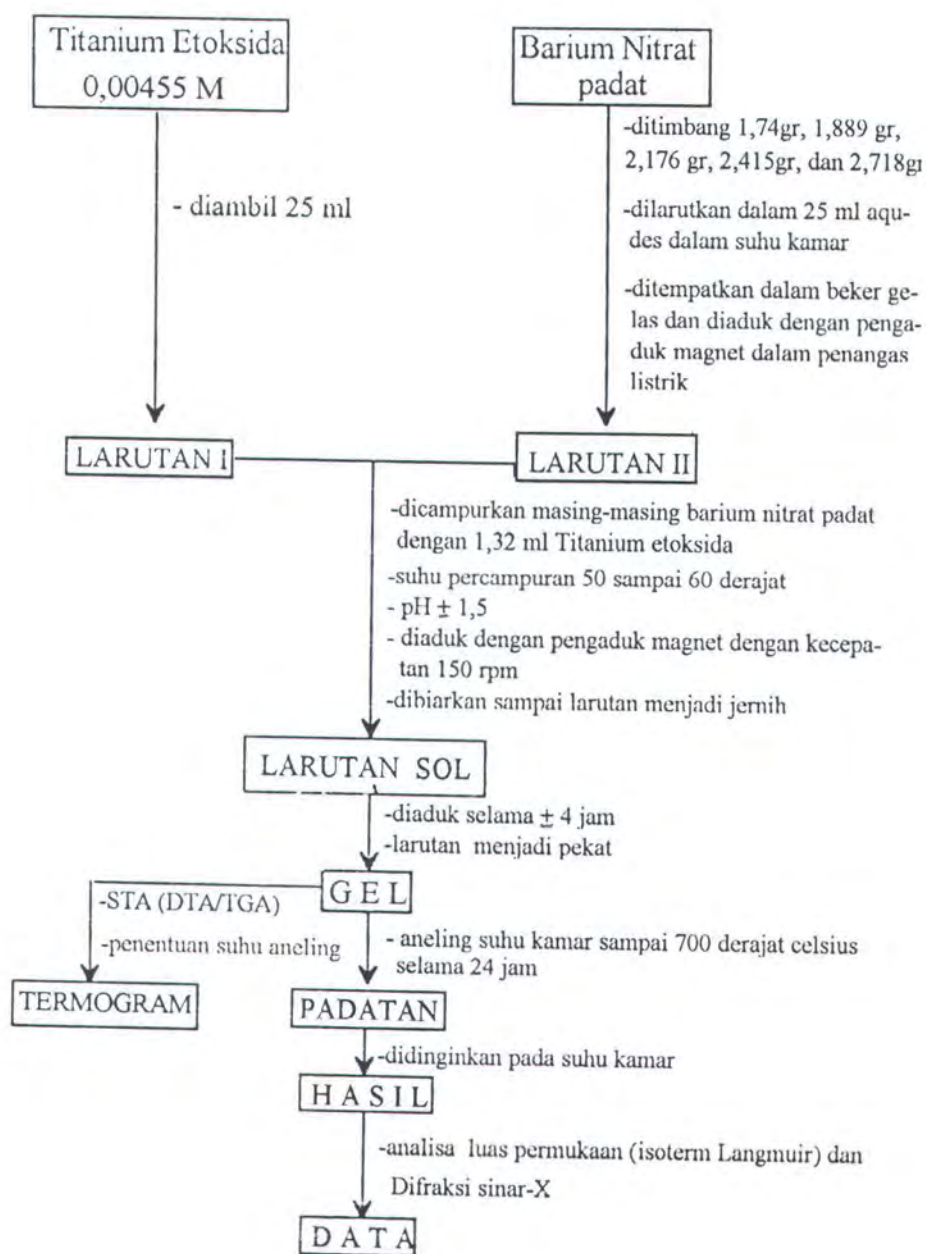
1. Hartomo A.J., "Mengenal Keramik Canggih Cerdas dan Biokeramik", Andi offset, Yogyakarta, 1992.
2. Mulson A.J., Herbert J.M., "Electroceramics Material Propertis, Applications", ChapmanHall, London, Tokyo, New York, 1993, hal. 3-5.
3. Klien L.C., "Sol-Gel Teknology", Noyes, Park Rodge, 1988.
4. Kaneda K., Kojima H., "Journal Ceramics Society", American Ceramic Society, Columbus, Ohio, 1974, 57, hal 345.
5. Vorhoever J.H., "Ann New York Academics Science", New York, 1976, 3, hal 272.
6. Kubo O., IDOT, "IEEE Transaction of Magnetik", IEEE Magnetic Society, New York, 1985, 18, hal. 1222.
7. Livage J., "Sol-Gel Syntesis of Solids Biinorganic Chemistry", Paris, Perancis, 1982, Hal. 3836-3837.
8. Yoko T., Kamiya K., Tanaka, " Journal Science", New York, 1990, 25, hal. 3992.
9. Pfaff G., "Journal Material Science", New York, 1992, 2, hal. 591.
10. West A.R., "Solid State Chemistry and its Applications", John Wiley and Sons Ltd., New York, 1987.
11. Ibid [10], hal 34-35.
12. Ibid [2], hal 69.
13. Ibid [10]. hal. 36.
14. Ibid [2], hal. 71.
15. Ibid [2], hal. 75-76.
16. Bruce C. Gates, "Catalytic Chemistry", John Wiley and Sons Inc., New York, 1988, hal. 358.

17. Svhelela G. Phd. DSC. fric, "Text Book Of Semimicro Qualitatif Inorganic Analysis", Universitas Queen, Lagman Group, London, 1979. hal. 232.
18. Ibid [17], hal. 235.
19. Ibid [17], hal. 237.
20. Soebodro G., drs, "Analisis Kimia Kuantitatif", Fak Kedokteran, Terjemahan, UI-Press, Jakarta, 1986.
21. Bouger A., Muntin J.C., Niepce J.C., "Sintesis Reaction Of Metatitanat $BaTiO_3$ (part-two)", laboratory reseach of Reactivity Solid, France, 1983.
22. Wold A., Dwight, "Solid State Chemistry Syntesis Struktur And Properties Of Selected Oxides And Sulfides", Chapman And Hall Inc., New York, 1983, hal. 71.
23. Reed J., "Introduction To The Principle Of Cheramics Processing", John Wiley And Sons, New York, 1988, hal. 4/.
24. Ibid [22], hal. 76-77
25. Ibid [7], hal. 5
26. Ibid [23], hal. 48
27. Ibid [23], hal. 53-54
28. Schwarz J.A., "Methods For Preparation Of Catalytic", Material Science, Syracouse University, New York, 1995.
29. Ibid [7], hal. 5
30. Bernier J.C., "Chemical processing of cheramics : a Challenge", Chemical and Inorganik Material Group, Prancis, 1988.
31. Ibid [7], hal. 3840
32. Ibid [22], hal. 23
33. Kim. H. Tan, "Thermal Analysis Of Mineral", Abacuss Press, England, 1976.
34. Ibid [22], hal. 26

35. Klag H.P., Alexander L., "X-Ray Diffraction Procedure For Polycrystalline And Amorphous ", John Wiley And Sons Inc., New York, 1974.
36. Ibid [22], hal. 19.
37. Ibid [16], hal. 319.
38. Adamson, Arthur W., "Physical Chemistry Of Surface", 4Th Ed., John Wiley And Sons Pub., New York, 1982.
39. Hand Book, " Inorganic Chemistry", John Wiley And Sons, Newyork, 1970.
40. Moreno J., Domingues J.M., Montoya A., Vicente L., Viverous T., "Syntesis And Characterisation Of MTio, (M=Mg, Ca, Sr, Ba)", Faculty Chemical Dept. Of Pysics, Meksiko, 1995.
41. Ibid [7], hal. 3839.
42. Ibid [40], hal. 511.
43. Swasmoro S., Pratapa S., Hartanto D., Prasetyoko D, Dhani M., "Karakterisasi Diffraksi Sinar-X Perubahan Fase Dalam Syntesis (Ba, Sr)Tio, Dari Prekursor Kopresipitasi Absolut", Mipa-Departement, Its, Surabaya, 1997.
44. Ibid [30], hal. 237.
45. Ibid [7], hal. 3843.
46. Ibid [28], Vol.95, hal. 484.
47. Ibid [43], hal. 9.

LAMPIRAN A

SKEMA KERJA



LAMPIRAN B

I. Perhitungan Molaritas

Molaritas masing-masing sampel dapat dihitung sebagai berikut :

- $m_1 = 1,889$ gram, maka :

$$M_1 = \frac{1,889 \text{ gram}}{261,35 \text{ gr/mol} \times 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ L}} = 0,289 \text{ Molar}$$

- $m_2 = 2,176$ gram, maka :

$$M_2 = \frac{2,176 \text{ gram}}{261,35 \text{ gr/mol} \times 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ L}} = 0,333 \text{ Molar}$$

- $m_3 = 2,415$ gram, maka :

$$M_3 = \frac{2,415 \text{ gram}}{261,35 \text{ gr/mol} \times 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ L}} = 0,369 \text{ Molar}$$

- $m_4 = 2,718$ gram, maka :

$$M_4 = \frac{2,718 \text{ gram}}{261,35 \text{ gr/mol} \times 2,5 \cdot 10^{-2} \text{ L}} = 0,416 \text{ Molar}$$

II. Perbandingan Molar kation Ba^{2+} dengan $\text{Tl}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$

$$\text{a. } \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{Tl}}} = \frac{0,139}{0,955} \times \frac{1/0,955}{1/0,955} = \frac{0,15}{1}$$

$$\text{b. } \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{Tl}}} = \frac{0,152}{0,955} \times \frac{1/0,955}{1/0,955} = \frac{0,16}{1}$$

$$\text{c. } \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{Tl}}} = \frac{0,175}{0,955} \times \frac{1/0,955}{0,955} = \frac{0,18}{1}$$

$$\text{d. } \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{Tl}}} = \frac{0,194}{0,955} \times \frac{1/0,955}{1/0,955} = \frac{0,20}{1}$$

$$\text{e. } \frac{M_{\text{Ba}}}{M_{\text{Tl}}} = \frac{0,218}{0,955} \times \frac{1/0,955}{1/0,955} = \frac{0,22}{1}$$

III. Prosentase sampel

$$\Delta m = \frac{m_0 - m_t}{m_0} \times 100\% \text{ , dimana } m_0 = \text{berat mula-mula}$$

m_t = berat setelah aneling

LAMPIRAN C

DATA DIFRAKSI SINAR-X PADATAN HASIL PERBANDINGAN MOLAR 0,15 : 1

No	CUPLIKAN			STANDAR			
	Konsentrasi 0,15 : 1			TiO ₂	BaO	Ba ₂ TiO ₄	BaTiO ₃
	2θ	d	I/I ₀	d	d	d	d
1	22,100	3,999	20				4,032
2	23,89	3,772	7			3,703	
3	31,53	2,835	100				2,832
4	32,090	2,835	3	2,787			
5	38,890	2,314	39				2,02
6	44,930	2,016	13				2,314
7	45,370	1,997	27				1,996
8	50,050	1,788	7				1,801
9	56,290	1,633	30				1,634

LAMPIRAN D

DATA DIFRAKSI SINAR-X PADATAN HASIL PERBANDINGAN MOLAR 0,16 : 1

No	CUPLIKAN			STANDAR			
	Konsentrasi 0,16 : 1			TiO ₂	BaO	Ba ₂ TiO ₄	BaTiO ₃
	2θ	d	I/I ₀	d	d	d	d
1	22,250	3,992	19				4,032
2	28,410	3,139	4			3,105	
3	31,570	2,832	100				2,833
4	38,970	2,309	31				2,314
5	44,970	2,014	12				1,996
6	45,410	1,996	24				1,786
7	51,090	1,786	7				1,786
8	56,330	1,632	27				1,634

LAMPIRAN E

DATA DIFRAKSI SINAR-X PADATAN HASIL PERBANDINGAN MOLAR 0,18 : 1

No	CUPLIKAN			STANDAR			
	Konsentrasi 0,17 : 1			TiO ₂	BaO	Ba ₂ TiO ₄	BaTiO ₃
	2θ	d	I/I ₀	d	d	d	d
1	22,250	3,992	25				4,032
2	24,010	3,703	26			3,702	
3	24,770	3,591	9	2,220			
4	25,290	3,519	8				3,509
5	25,810	3,449	11				3,549
6	27,530	3,237	9				3,200
7	28,090	4,174	14				3,091
8	28,730	3,105	16				3,098
9	29,370	3,039	18				2,997
10	30,130	2,963	15	3,012			
11	30,770	2,093	17			2,871	
12	31,60	2,828	100				2,833
13	34,250	2,616	13			2,509	
14	35,810	2,505	6			2,499	
15	36,210	2,475	9			2,250	
16	36,890	2,434	8	2,420			
17	38,970	2,309	30				2,314
18	39,93	2,255	7			2,249	
19	41,210	2,188	7	2,186			
20	42,250	2,137	20			2,103	
21	45,090	2,009	9			2,007	
22	46,930	1,934	5			1,924	
23	47,970	1,909	5			1,892	
24	49,970	1,852	6			1,83	
25	50,1,970	1,790	12				1,802
26	56,290	1,632	28				1,634

LAMPIRAN F

DATA DIFRAKSI SINAR-X PADATAN HASIL PERBANDINGAN MOLAR 0,20 : 1

No	CUPLIKAN			STANDAR			
	Konsentrasi 0,19: 1			TiO ₂	BaO	Ba ₂ TiO ₄	BaTiO ₃
	2θ	d	I/I ₀	d	d	d	d
1	22,210	3,999	21				4,032
2	23,970	3,709	12	3,220			
3	30,730	2,907	10	2,840			
4	31,570	2,832	100				2,833
5	34,050	2,631	7	2,520			
6	38,930	2,315	32				2,314
7	45,010	2,012	15	2,010			
8	45,410	1,995	23				1,996
9	51,010	1,788	9				1,788
10	56,250	1,634	28				1,634

LAMPIRAN G

DATA DIFRAKSI SINAR-X PADATAN HASIL PERBANDINGAN MOLAR 0,22 : 1

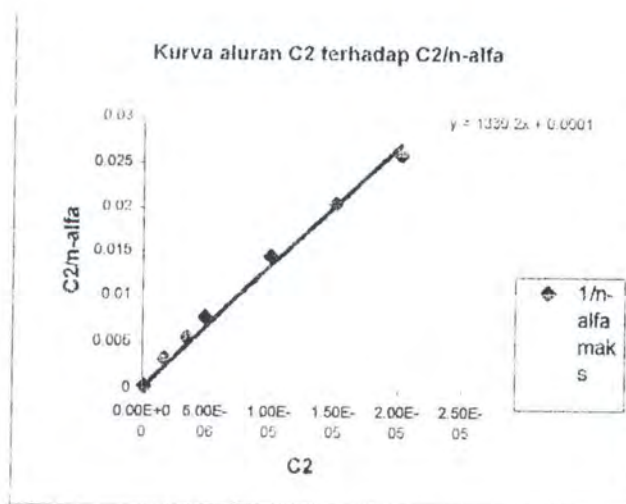
No	CUPLIKAN			STANDAR			
	Konsentrasi 0,22 : 1			TiO ₂	BaO	Ba ₂ TiO ₄	BaTiO ₃
	2θ	d	I/I ₀	d	d	d	d
1	22,250	3,992	24				4,032
2	23,970	3,709	14	3,710			
3	31,090	2,874	13			2,851	
4	31,610	2,328	100				2,829
5	38,930	2,311	30				2,314
6	43,690	2,070	8	2,060			
7	44,530	2,033	6	2,053			
8	44,970	2,041	17				2,020
9	45,400	1,995	28				1,996
10	46,930	1,934	5			1,913	
11	51,090	1,786	9				1,789
12	56,330	1,632	28				1,634

LAMPIRAN H-I

Data hasil setelah adsorpsi (C2 untuk masing-masing perbandingan

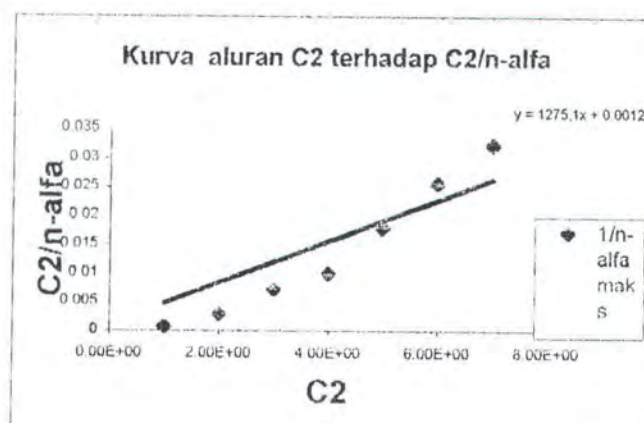
A.. Perbandingan 0,16 : 1

C2	n-alfa	C2	C2/n-alfa
5.00E-04	4.99E-04	1.41E-07	0.00028
5.50E-04	5.48E-04	1.74E-06	0.0032
6.00E-04	5.97E-04	3.54E-06	0.0056
6.50E-04	6.45E-04	4.95E-06	0.0077
7.00E-04	6.90E-04	1.00E-05	0.0145
7.50E-04	7.35E-04	1.51E-05	0.0205
8.00E-04	7.80E-04	2.02E-05	0.026



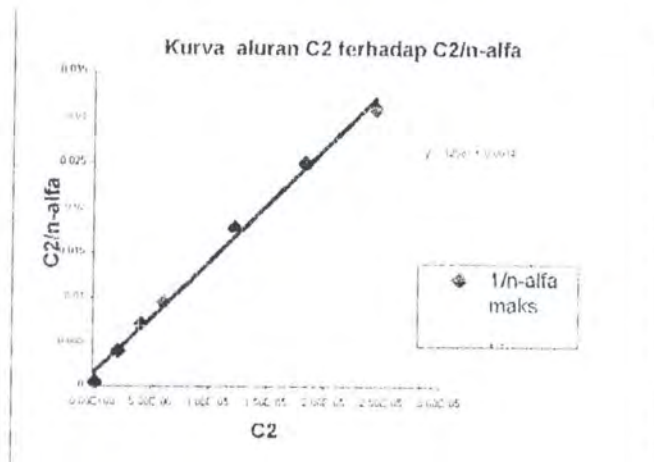
B. Perbandingan 0,18 : 1

C1	n-alfa	C2	C2/n-alfa
5.00E-04	4.99E-04	3.67E-07	0.00073
5.50E-04	5.48E-04	1.60E-06	0.0029
6.00E-04	5.95E-04	4.39E-06	0.0073
6.50E-04	6.44E-04	6.40E-06	0.0099
7.00E-04	6.87E-04	1.26E-05	0.018
7.50E-04	7.31E-04	1.88E-05	0.0257
8.00E-04	7.75E-04	2.50E-05	0.0323



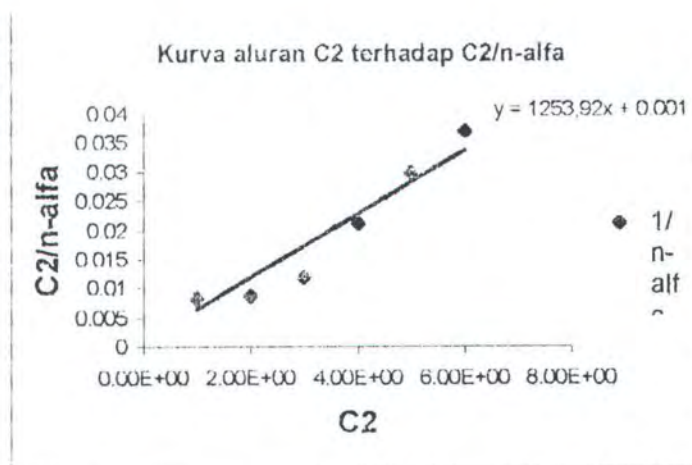
C. Perbandingan 0,20 : 1

C1	n-alfa	C2	C2/n-alfa
5.00E-04	5.00E-04	2.26E-07	0.00045
5.50E-04	5.48E-04	2.21E-06	0.00403
6.00E-04	5.95E-04	4.20E-06	0.00705
6.50E-04	6.44E-04	6.19E-06	0.0096
7.00E-04	6.88E-04	1.23E-05	0.0178
7.50E-04	7.32E-04	1.83E-05	0.025
8.00E-04	7.76E-04	2.44E-05	0.031



C. Perbandingan Molar 0,22 : 1

C1	n-alfa	C2	C2/n-alfa
5.00E-04	4.99E-04	4.81E-07	0,00096
5.50E-04	5.46E-04	4.46E-06	0.00818
6.00E-04	5.95E-04	5.17E-06	0.00869
6.5 E-04	6.32E- 04	7.51E-0 6	0.0118
7. E- 04	6 .85E-04	1.45E- 0 5	0.0212
7.50E-04	7.28E-04	2.17E-05	0.0297
8.00E-04	7.71E-04	2.88E-05	0.037



FORMULIR PENGESAHAN

Yang bertanda tangan di bawah ini Dosen Penguji Skripsi dari mahasiswa :

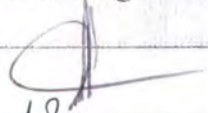


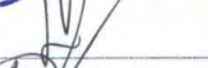
Nama : Mohammad Anwar

Nrp : 1492 100 029

Judul Skripsi : Pengaruh Perbandingan Molar Kation-Kation Pada
Sintesa Barium Titanat Dengan Metode Sol-Gel

dengan ini menyatakan bahwa makalah Skripsi mahasiswa tersebut telah diperbaiki
sesuai sidang pada hari : Senin, 16 Maret 1998

Dosen Penguji :

No	N a m a	Jabatan	Tanda Tangan
1	Drs. M. Nadjib MS.	Ketua	
2	Dra. Irmira Kris M. M.Si	Sekretaris	
3	Ir. Ninuk Sukanti	Pembimbing I	
4	Ir. Endang Purwanti	Anggota	
5	Drs. Djarot S. MS.	Anggota	